

No English title available.Patent Number: ☐ FR2663401Publication
date: 1991-12-20

Inventor(s): MICHEL MORAND; JEAN HARDY

Applicant(s): COFLEXIP (FR)

Requested
Patent: ☐ EP0487691 (WO9119924), B1Application
Number: FR19900007576 19900618Priority Number
(s): FR19900007576 19900618IPC
Classification: F16L11/04EC
Classification: C08L43/04, F16L11/08H2Equivalents: AU653533, AU672508, AU6899294, AU8007091, BR9105793, ☐ CA2064226,
DE69111572D, DE69111572T, DK487691T, ES2075960T, JP3175013B2, JP5500686T,
NO304477B, NO920615, ☐ RU2073612, ☐ WO9119924

Abstract

A flexible tubular duct is provided which comprises a sealing sleeve or a polyolefin tube. The sealing sleeve or tube (12) is made of hydrolytically cross-linked polyolefin, particularly hydrolytically cross-linked polyethylene.

Data supplied from the esp@cenet database - I2**BEST AVAILABLE COPY**

THIS PAGE BLANK (USPTO)

PCT

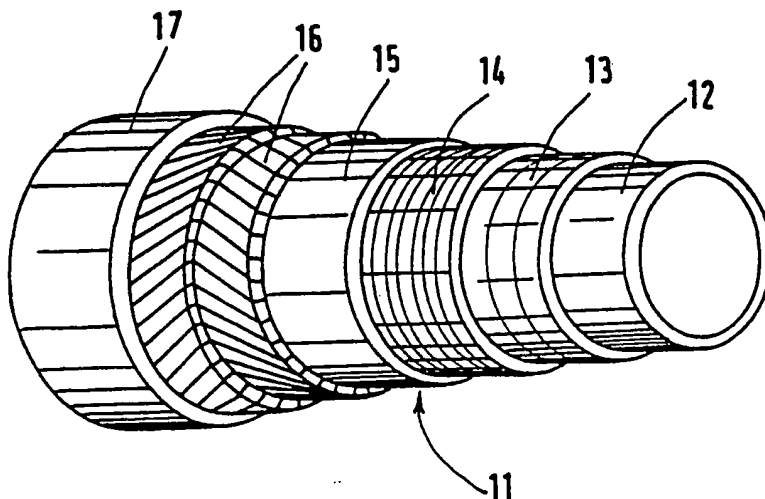
ANISATION MONDIALE DE LA PROPRIETE INTELLE
Bureau international

DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIEE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS (PCT)

(51) Classification internationale des brevets ⁵ : F16L 11/04	A1	(11) Numéro de publication internationale: WO 91/19924 (43) Date de publication internationale: 26 décembre 1991 (26.12.91)
(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR91/00487 (22) Date de dépôt international: 18 juin 1991 (18.06.91) (30) Données relatives à la priorité: 90/07576 18 juin 1990 (18.06.90) FR (71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): COFLEXIP [FR/FR]; 88, avenue du Général-Leclerc, F-92100 Boulogne-Billancourt (FR). (72) Inventeurs; et (75) Inventeurs/Déposants (US seulement) : HARDY, Jean [FR/FR]; Résidence Boieldieu, 22, rue Louis-Ganne, F-76360 Barentin (FR). MORAND, Michel [FR/FR]; 159, rue des Jardins, F-76480 Duclair (FR).		(74) Mandataire: LESZCZYNSKI, André; Cabinet Nony & Cie, 29, rue Cambacérès, F-75008 Paris (FR). (81) Etats désignés: AT (brevet européen), AU, BE (brevet européen), BR, CA, CH (brevet européen), DE (brevet européen), DK (brevet européen), ES (brevet européen), FR (brevet européen), GB (brevet européen), GR (brevet européen), IT (brevet européen), JP, LU (brevet européen), NL (brevet européen), NO, SE (brevet européen), SU, US. Publiée Avec rapport de recherche internationale.

(54) Title: FLEXIBLE TUBULAR DUCT COMPRISING A CROSS-LINKED POLYETHYLENE SLEEVE, AND DEVICE AND METHOD FOR MANUFACTURING SAME

(54) Titre: CONDUITE TUBULAIRE FLEXIBLE COMPORTANT UNE GAINÉ EN POLYETHYLENE RETICULE, DISPOSITIF ET PROCEDE POUR LA FABRICATION D'UNE TELLE CONDUITE



(57) Abstract

A flexible tubular duct is provided which comprises a sealing sleeve or a polyolefin tube. The sealing sleeve or tube (12) is made of hydrolytically cross-linked polyolefin, particularly hydrolytically cross-linked polyethylene.

(57) Abrégé

L'invention est relative à une conduite tubulaire flexible comportant une gaine d'étanchéité ou un tube en polyoléfine. La dite gaine d'étanchéité ou tube (12) est réalisé en polyoléfine réticulée par hydrolyse, notamment polyéthylène réticulé par hydrolyse.

UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AT	Autriche	ES	Espagne	MG	Madagascar
AU	Australie	FI	Finlande	ML	Mali
BB	Barbade	FR	France	MN	Mongolie
BE	Belgique	GA	Gabon	MR	Mauritanie
BF	Burkina Faso	GB	Royaume-Uni	MW	Malawi
BG	Bulgarie	GN	Guinée	NL	Pays-Bas
BJ	Bénin	GR	Grèce	NO	Norvège
BR	Brésil	HU	Hongrie	PL	Pologne
CA	Canada	IT	Italie	RO	Roumanie
CF	République Centrafricaine	JP	Japon	SD	Soudan
CG	Congo	KP	République populaire démocratique de Corée	SE	Suède
CH	Suisse	KR	République de Corée	SN	Sénégal
CI	Côte d'Ivoire	LI	Liechtenstein	SU	Union soviétique
CM	Cameroun	LK	Sri Lanka	TD	Tchad
CS	Tchécoslovaquie	LU	Luxembourg	TG	Togo
DE	Allemagne	MC	Monaco	US	Etats-Unis d'Amérique
DK	Danemark				

- 1 -

Conduite tubulaire flexible comportant une gaine
en polyéthylène réticulé, dispositif et procédé
pour la fabrication d'une telle conduite.

La présente invention se rapporte à des conduites tubulaires flexibles comportant au moins un tube et/ou une gaine en polyoléfine réticulée, notamment en polyéthylène réticulé, un dispositif adapté à la réticulation de la gaine et un procédé de fabrication de la conduite tubulaire flexible.

Il est connu de réaliser des conduites tubulaires flexibles comportant au moins un tube ou une gaine d'étanchéité en matériau plastique et des nappes d'armures assurant la résistance à la pression et à la traction. En particulier, la société déposante a développé et commercialisé des conduites tubulaires flexibles à hautes performances destinées à la production de pétrole sur des gisements sous-marins, et dont il a été donné une description à la conférence "Improved Thermoplastic Materials Thermoplastic Materials for Offshore Flexible Pipes" par F.A. DAWANS, J. JARRIN, to LEFEVRE et M. PELISSON lors de la 18ème session de l'OTC à HOUSTON (OTC 5231).

On connaît également sous le nom d'ombilicaux des canalisations constituées par l'assemblage d'une pluralité de flexibles du genre flexibles hydrauliques, et qui sont utilisés dans les mêmes installations de productions pétrolières en mer comme moyens de liaison avec des équipements éloignés pour assurer des fonctions de télécommande hydraulique ou électro-hydraulique, ou autres fonctions diverses.

On utilise pour les tubes ou gaines d'étanchéité divers matériaux plastiques.

Les polyoléfines, principalement le polyéthylène, et en particulier le polyéthylène haute densité (HDPE en terminologie anglo-saxonne) subissent des attaques physico chimiques de la part du pétrole brut contenant du gaz (live crude en terminologie anglo-saxonne).

Les polyamides 11 et 12 résistent très bien au pétrole brut et sont en général satisfaisants, mais ils sont d'un coût élevé. De plus, ces polyamides peuvent subir une hydrolyse en

- 2 -

présence d'eau. Or, les pétroles bruts contiennent souvent de l'eau. Cette hydrolyse n'a pas en général de conséquence inacceptable sur le fonctionnement des conduites tubulaires flexibles statiques. Par contre, pour des conduites tubulaires flexibles comportant une gaine en polyamide 11 ou 12 subissant des déformations alternées, comme c'est par exemple le cas pour des conduites tubulaires flexibles suspendues en chaînettes entre deux supports mobiles (jumper en terminologie anglo-saxonne) ou des conduites tubulaires flexibles destinées à la remontée du fond à la surface de pétrole brut (riser en terminologie anglo-saxonne), on peut assister à une dégradation du matériau plastique résultant en des pertes d'étanchéité si le pétrole brut comporte de l'eau et se trouve à une température relativement élevée. Ces pertes d'étanchéité proviennent de la propagation de fissures dans le polyamide partiellement hydrolysé. Dans un tel cas, même une augmentation d'épaisseur, qui se solderait pas une augmentation du coût de revient de la conduite tubulaire flexible, n'arrive pas à garantir l'étanchéité sur une longue période d'utilisation comme par exemple une période comprise entre 5 et 20 ans. La relation entre la vitesse de dégradation et la température atteinte par le matériau plastique s'exprime par une formule du type loi d'Arrhenius. En outre, les polyamides sont d'une perméabilité relativement très élevée vis-à-vis du méthanol, qui est couramment utilisé dans les installations de productions pétrolières sous-marines, et d'autres fluides de la famille des alcools; il a ainsi été trouvé que ce phénomène est la cause des fuites importantes qui ont été observées sur des ombilicaux de grande longueur. Ces constatations entraînent la nécessité de trouver un autre matériau en remplacement aux polyamides 11 ou 12 qui avaient été adoptés pour ces applications comme étant les meilleurs matériaux aptes à résister aux conditions particulières d'utilisation, en particulier la compatibilité avec le pétrole brut.

Ainsi, pour des conduites tubulaires flexibles destinées à véhiculer des hydrocarbures à haute température contenant de l'eau, ou un fluide de la famille des alcools, et en particulier soumis à des effets dynamiques, on est conduit à utiliser des plastiques

comportant des fluorures de polyvinylidene (PVDF en terminologie anglo-saxonne) sous forme d'homopolymère ou de copolymère. Toutefois, les plastiques fluorés sont d'un coût extrêmement élevé pouvant dépasser 20 fois le prix du volume correspondant du polyéthylène.

Il est d'autre part connu d'améliorer par réticulation certaines propriétés du polyéthylène. Trois méthodes de réticulation pouvant être employées, par irradiation, par silane, ou par voie chimique, notamment par peroxyde. En particulier, la méthode par silane avec réticulation par hydrolyse des groupements métoxy $R-Si-[OCH_3]_3$ a été notamment exposée par Applied Organometallic Chemistry de 1988 (dans l'exposé "Silane compound in hot-water pipe and cable technology" p. 17 à 31).

Il est connu par la demande de brevet européen 83400256 publiée sous le n°0087344 d'améliorer le comportement mécanique des polyéthylènes, pour tubes de grands diamètres, par une réticulation chimique utilisant des peroxydes. La méthode chimique de réticulation nécessite des grandes quantités de chaleur. Elle n'a jamais pu être mise en oeuvre industriellement pour réaliser des tubes en polyéthylène pour structures flexibles hautes performances dans la mesure où l'augmentation des températures nécessaire à l'obtention de la réticulation ne permet pas aux tubes de supporter leur propre poids.

La présente invention permet de remédier aux inconvénients de conduites tubulaires flexibles de types connus. Selon l'invention, on effectue une réticulation par hydrolyse d'un tube ou d'une gaine d'une conduite tubulaire flexible réalisée en une polyoléfine, avantageusement en polyéthylène, contenant du silane.

Suite aux travaux de recherche effectués par la société demanderesse, il a été trouvé, d'une façon surprenante, qu'un tube ou une gaine d'étanchéité en polyoléfine, avantageusement en polyéthylène, réticulé par silane, conserve des propriétés mécaniques satisfaisantes lorsqu'il est exposé pendant des durées importantes au pétrole brut contenant du gaz (live crude) sous une température relativement élevée dépassant 60°C, et pouvant atteindre au moins 90°C et éventuellement 100°C. La compatibilité avec le pétrole brut contenant du gaz ainsi découverte est obtenue

lorsque le taux de réticulation par silane est au moins égal à environ 60%, la durée de service possible variant en fonction des particularités de chaque cas d'application, mais étant toujours supérieure à 1 an, et étant normalement de plusieurs années, et pouvant atteindre par exemple 20 ans. Il a été montré dans le brevet EP 087344 cité ci-dessus qu'une telle propriété de résistance en milieu hydrocarboné peut être obtenue avec un polyéthylène haute ou moyenne densité réticulé chimiquement par peroxyde comprenant un agent plastifiant particulier. Il était par contre admis jusqu'à présent qu'un polyéthylène réticulé par silane ne peut pas être utilisé en milieu hydrocarboné; en particulier, l'utilisation de tubes en polyéthylène réticulé par silane n'était connue à ce jour que pour la réalisation d'installations de chauffage central à eau chaude avec des taux de réticulation supérieurs à 65% mais dont la valeur réelle mesurable sur le tube fabriqué ne dépasse pas, dans la pratique, 72%, bien que des valeurs théoriques, pouvant atteindre jusqu'à 80%, soient citées parfois.

Il a été ainsi établi que le comportement en présence de pétrole brut d'un tube ou d'une gaine en polyoléfine réticulée est conditionné par son taux de réticulation. Il a en outre été trouvé que la valeur du taux de réticulation réellement atteinte en fin du processus de fabrication, lorsque l'opération de réticulation est terminée, joue un rôle déterminant sur ledit comportement, et ceci indépendamment de l'augmentation ultérieure du taux de réticulation qui peut se produire spontanément. En effet, la valeur du taux de réticulation atteinte en fin d'opération de réticulation étant, inévitablement, plus ou moins inférieure à la valeur maximale possible qui correspond à la notion de taux de réticulation (ou taux de gel) potentiel telle que cette notion est définie plus loin, il est possible que le taux de réticulation continue d'augmenter postérieurement à la fin de l'opération de réticulation, pendant le stockage ou en service, en fonction des conditions naturelles d'environnement ou des conditions d'utilisation. En particulier, il est préférable que la différence entre le taux de réticulation réel atteint en fin d'opération de réticulation et le taux de réticulation potentiel soit relativement

faible. Il a en effet été trouvé, d'une part que, si cette différence est importante, l'évolution ultérieure du taux de réticulation en fonction des circonstances devient imprévisible, et, d'autre part, que les polyoléfinés, en particulier des polyéthylènes, utilisés pour réaliser le tube ou la gaine d'étanchéité doivent se trouver dans un état à peu près stabilisé pour qu'il soit possible d'en garantir la bonne tenue aux hydrocarbures.

Il a par exemple été trouvé qu'une réticulation dont la différence entre le taux de réticulation potentiel et le taux de réticulation réel atteint en fin du processus de réticulation était égal à 5 % (taux de réticulation potentiel 80 %, taux de réticulation réellement atteint 75 %) assure une excellente tenue aux hydrocarbures de la gaine réticulée. De même, les différences de 8 % et d'environ 10 % ont permis de constater une bonne tenue aux hydrocarbures. On pense que des différences de l'ordre de 10 % permettent de garantir la bonne tenue aux hydrocarbures désirée, tandis qu'une différence de 15 % risque d'entraîner une dégradation dans le temps de la tenue aux hydrocarbures de la gaine ou du tube.

Selon l'invention des résultats intéressants ont été obtenus en choisissant les grades de polyéthylène de base ainsi que les teneurs en promoteur de radicaux libres et en agent de réticulation (silane), et/ou en réglant les conditions de l'opération de réticulation de façon à obtenir un taux de réticulation supérieur à 70% en fin d'opération de réticulation.

De préférence, le tube ou la gaine étanche est constitué en un polyéthylène réticulé par silane présentant un taux de réticulation égal ou supérieur à 75%.

Le comportement en présence de pétrole brut est particulièrement bon lorsque les matériaux mis en oeuvre par extrusion pour réaliser le tube ou la gaine d'étanchéité à réticuler sont des homopolymères ou des copolymères d'éthylène ou des mélanges des deux, du type polyéthylène haute densité (HDPE en terminologie anglo-saxonne) ou polyéthylène moyenne densité (MDPE en terminologie anglo-saxonne) ne comportant pas des polyéthylènes basse densité (LDPE en terminologie anglo-saxonne).

Il est possible de mettre en oeuvre divers procédés de transformation et de réticulation du polyéthylène, dont des exemples de réticulations par silane sont décrits ci-après.

Il est avantageux d'exclure le polyéthylène dont la densité est inférieure à une valeur minimale. Cette exclusion s'applique au composé mis en oeuvre notamment au mélange greffé constitué par du polyéthylène greffé par silane, lors d'une opération préalable, aussi bien qu'au polyéthylène servant de base qu'au composé, dit mélange maître, contenant le catalyseur éventuellement et qu'aux autres composés à base de polyéthylène non greffé et non associé à un catalyseur.

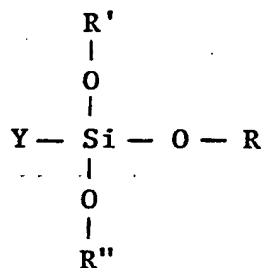
Il est possible de mettre en oeuvre divers procédés de transformation et de réticulation du polyéthylène, dont des exemples des réticulations par silane sont décrits ci-après. La valeur minimale de la densité du polyéthylène en dessous de laquelle on ne doit pas descendre dépend du procédé mis en oeuvre.

Bien que l'on n'ait pas trouvé d'explication théorique justifiant les résultats obtenus à ce sujet, il a en effet été trouvé que la compatibilité au pétrole brut est considérablement moins bonne si l'un des composés utilisés pour être transformé par extrusion est à base de polyéthylène basse densité ou des valeurs basses des polyéthylènes moyenne densité, et ceci y compris dans le cas du mélange maître bien que ce dernier représente un pourcentage très limité de la quantité totale de polyéthylène mise en oeuvre. A titre de comparaison, on peut noter que les mélanges utilisés, selon les applications connues précédemment, pour réaliser des tubes plastiques pour eau chaude ou des gainages de câbles électriques, comprennent, pratiquement toujours, au moins un composé constitué par, ou à base de, polyéthylène basse densité, ou de valeurs basses des polyéthylènes moyenne densité. De préférence, selon l'invention, le polyéthylène greffé constituant le mélange greffé, ainsi que le ou les polyéthylènes utilisés pour réaliser le mélange maître et/ou les autres composés mis en oeuvre par extrusion présentent une densité supérieure ou égale à 0,934, et, de façon avantageuse, égale ou supérieure à 0,940, les meilleurs résultats étant obtenus avec une densité égale ou supérieure à 0,950.

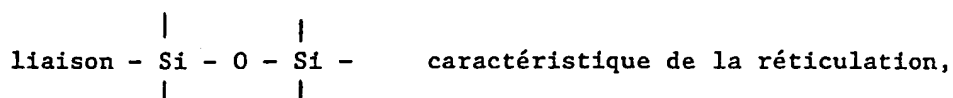
- 7 -

Par ailleurs, les résultats d'essais sur prototypes ont montré que, par rapport aux tubes ou aux gaines d'étanchéité interne réalisés avec les mêmes matériaux dans un état non réticulé, les tubes ou gaines d'étanchéité interne de conduite tubulaire flexible réalisés en polyoléfine, en particulier polyéthylène, réticulés par hydrolyse présentent une résistance considérablement plus élevée aux effets de fissuration sous contrainte (stress cracking en terminologie anglo-saxonne) non seulement en présence d'hydrocarbure (ces effets pouvant alors se développer en plus des effets de cloquage décrits plus loin) mais aussi en présence de fluides de la famille des alcools, tels que le méthanol, cette propriété étant très importante dans le cas, en particulier, des flexibles hydrauliques utilisés dans les installations de production pétrolière.

La mise en oeuvre et la réticulation de la polyoléfine, préférablement du polyéthylène, contenant du silane, peuvent être réalisées par exemple par le procédé "SIOPLAS", par le procédé "MONOSIL", ou par tout autre procédé faisant appel à une réaction d'hydrolyse. Par réaction d'hydrolyse, on entend ici, de façon en soi connue, une réaction d'hydrolyse de groupements de type



avec condensation de deux fonctions siloxanes portées par deux chaînes oléfiniques différentes en présence d'un catalyseur et sous l'effet de la chaleur et permettant la formation de la



les fonctions siloxanes étant préalablement obtenues par

substitution d'un radical OH à l'un au moins des trois radicaux O-R, O-R', O-R'', de la partie greffée de la polyoléfine, chacun des trois radicaux O-R, O-R', O-R'' étant, de façon courante, un radical méthoxy ou un radical ethoxy, ou encore un autre radical alkane contenant un oxygène lié au silicium, et le greffage de la polyoléfine ayant été réalisé lors d'une opération préalable par fixation d'une silane sur une polyoléfine qui présente des radicaux libres par suite de l'action d'un promoteur de radicaux libre, normalement un peroxyde.

Dans un mode de mise en oeuvre particulièrement avantageux du procédé selon la présente invention, on remplit l'intérieur de la conduite flexible avec de l'eau sous forme liquide et/ou gazeuse, ou une solution aqueuse, pour permettre l'hydrolyse.

Dans un mode particulier de mise en oeuvre, une partie au moins du catalyseur qui favorise la réaction d'hydrolyse est mise en suspension ou dissoute dans l'eau ou le fluide contenant de l'eau qui est à l'intérieur de la conduite flexible à réticuler. Il est ainsi possible soit de combiner l'action du catalyseur contenu dans le fluide à l'intérieur de la conduite avec l'action du catalyseur introduit dans l'extrudeuse avec les résines polyoléfiniques (par procédé SIOPLAS ou MONOSIL par exemple), soit de mettre en oeuvre la totalité du catalyseur utilisé par dissolution ou dispersion dans le fluide intérieur à la conduite. Il a été trouvé que l'on peut augmenter l'efficacité de l'opération de réticulation et, en particulier, obtenir des taux de réticulation relativement élevés sans avoir à augmenter la durée de l'opération lorsque la totalité du catalyseur utilisé est apportée par le fluide intérieur à la conduite.

La chaleur nécessaire pour que le processus de réticulation se développe de façon convenable peut être émise et transmise jusqu'au tube ou à la gaine d'étanchéité à réticuler par n'importe quel moyen connu.

Un procédé particulièrement avantageux selon la présente invention permet d'utiliser le tube ou la conduite tubulaire flexible eux-mêmes pour véhiculer un fluide pour apporter la chaleur permettant d'assurer l'élévation et le maintien de la température nécessaire à l'obtention dans un temps raisonnable de

la réaction désirée. Il est également possible d'utiliser comme résistances chauffantes des fils conducteurs électriques disposés à l'intérieur de la paroi de la conduite tubulaire flexible ; en particulier, on peut utiliser à cet effet tout ou partie des nappes de fils métalliques qui constituent l'armure de résistance du flexible. Un exemple d'un flexible chauffant de ce type étant décrit dans la demande de Brevet FR 90.06186. Alternativement, un fluide conducteur de la chaleur étant à l'intérieur de la conduite flexible, on peut également utiliser une résistance électrique chauffante, telle qu'un câble étanche, disposée à l'intérieur de la conduite flexible sur au moins une partie de sa longueur.

Dans un mode avantageux, de l'eau ou un fluide contenant de l'eau est mis en circulation à l'intérieur de la conduite flexible pour permettre l'hydrolyse, et chauffé à une température suffisante pour provoquer la réaction désirée dans un temps raisonnable.

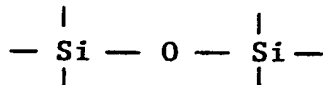
Il a en effet été découvert, suite aux travaux consacrés par la société déposante à l'étude des divers procédés de réticulation envisageables, que, dans le cas des conduites flexibles continues de grande longueur, telles que celles utilisées dans les installations de productions pétrolières sous-marines, et en particulier lorsque ces conduites flexibles comportent une paroi relativement épaisse composée de plusieurs couches de gaines plastiques ou élastomériques ainsi que de nappes d'armure lui conférant une résistance élevée, qu'il est particulièrement avantageux d'utiliser la conduite interne du flexible pour assurer la circulation sous pression du fluide qui apporte au tube ou à la gaine d'étanchéité l'eau et/ou les calories permettant d'effectuer la réticulation dans de bonnes conditions.

Les conduites flexibles de haute résistance avec structure à plusieurs couches, particulièrement avantageuses, ont des diamètres variant de 25 mm à 500 mm, et des pressions intérieures admissibles pouvant varier en fonction du diamètre valant au minimum 20 bars et pouvant atteindre 1000 bars.

D'une façon générale, il est particulièrement important que la méthode utilisée pour réaliser l'opération de réticulation permette d'obtenir le taux de réticulation désiré dans une durée

- 10 -

d'opération relativement courte, cette durée pouvant être, dans la pratique, de quelques jours, et pouvant atteindre de l'ordre d'une dizaine de jours. Indépendamment de l'intérêt de pouvoir réduire la durée de la fabrication, la méthode de réticulation selon l'invention, avec circulation interne d'eau ou de fluide contenant de l'eau à température élevée, est particulièrement avantageuse, en raison de son efficacité supérieure, du fait que la propriété de résistance au pétrole brut du polyéthylène réticulé par silane a été trouvée comme conditionnée, entre autres, par l'obtention d'un taux de réticulation suffisamment élevé, dès la fin de l'opération de réticulation et présentant une différence relativement faible par rapport au taux de réticulation potentiel. En outre, il a été trouvé que, si l'augmentation progressive du taux de réticulation se produit trop lentement pendant l'opération de réticulation, il en résulte qu'il devient très difficile, voire impossible, d'atteindre un taux de réticulation final suffisamment élevé ; cette difficulté semble pouvoir s'expliquer par le fait qu'un processus de réticulation trop lent permet la formation de liaisons de types divers entre les chaînes oléfiniques, ces liaisons pouvant d'une part, être comme inaptes à favoriser la résistance au pétrole brut d'une polyoléfine réticulée par silane, et prenant, d'autre part, la place des liaisons cherchées du type :



Pour que l'opération de réticulation soit réalisée de façon correcte et dans un délai raisonnable, il est essentiel que, pendant toute la durée de l'opération de réticulation, la température du tube ou de la gaine étanche concernée soit, dans toute la longueur de la conduite flexible, maintenue entre deux limites déterminées. D'une part la température doit rester inférieure à une certaine limite supérieure qui est déterminée en fonction du matériau utilisé de façon à conserver les propriétés mécaniques au niveau désiré, et qui ne doit pas dépasser pour du polyéthylène une température d'environ 120°C correspondant au seuil de fusion des petites cristallites. D'autre part, la température doit rester supérieure à une certaine limite inférieure qui est

- 11 -

fixée en fonction de l'énergie nécessaire à l'obtention d'une cinétique de réticulation compatible avec une durée d'opération acceptable, par exemple inférieure à une semaine. La température minimum étant d'au moins 85°C et de préférence 90°C pour du polyéthylène.

De façon à réaliser la réticulation dans un délai raisonnable et assurer la qualité finale du produit obtenu, les études réalisées par la société demanderesse ont montré qu'il est très important de vérifier que les limitations de température définies ci-dessus sont bien observées dans l'opération de réticulation; cette vérification permet en effet, en combinaison avec le contrôle des autres facteurs intervenant dans l'opération, et en s'appuyant sur la référence à des essais préliminaires de réglage du processus, de s'assurer que le matériau réticulé possède exactement la qualité voulue. Une telle méthode de vérification est particulièrement intéressante dans le cas où l'on procède, ainsi qu'il est décrit ci-après, à la réticulation d'un tube ou d'une gaine recouvert par des couches d'armure et par une ou plusieurs autres gaines, ce qui rend difficile ou impossible l'inspection de la bonne réticulation de la gaine d'étanchéité; elle s'applique donc avantageusement à la fabrication des conduites tubulaires flexibles de haute résistance destinées à l'exploitation de champs pétroliers en mer qui doivent pouvoir garantir une étanchéité pendant de longues périodes, par exemple 20 ans. Le risque de pollution étant inacceptable, il est impératif de pouvoir être absolument sûr de l'absence de défaut dans la conduite tubulaire flexible réalisée.

En d'autres termes il est donc nécessaire que l'abaissement de température que subit le fluide caloporteur entre l'entrée et la sortie de sa circulation dans la conduite flexible, et qui est lié à l'apport de calories ainsi fourni au tube ou à la gaine étanche et aux déperditions thermiques, soit inférieur à une limite déterminée.

Il en résulte que la vitesse de circulation du fluide caloporteur dans la conduite flexible doit être supérieure à une certaine valeur qui peut être déterminée en fonction des caractéristiques spécifiques de l'opération concernée de façon à ce

que la température à la sortie de la conduite flexible ne soit pas inférieure à la limite inférieure définie ci-dessus. Le fluide caloporteur doit donc être pompé sous une pression permettant de surmonter la perte de charge résultant de la vitesse de circulation requise, et qui peut être relativement importante en fonction des valeurs envisagées de section de passage interne et de longueur de la conduite flexible.

Pour des longueurs de conduites relativement faibles, et en particulier si le diamètre est suffisamment important, on peut effectuer l'opération de réticulation sur une conduite flexible composée uniquement d'un tube étanche en polyoléfine, préférentiellement en polyéthylène, qui doit être ainsi réticulé. Dans le cas où le tube réticulé constitue la couche interne étanche d'un flexible du type à conduit interne lisse ("Smooth Bore" en terminologie anglo-saxonne) à structure composite, on peut procéder ensuite à la mise en place autour du tube interne des autres couches, couche d'armure de renforcement et gaine extérieure, ainsi qu'autres couches intermédiaires éventuelles.

Dans certains cas, la conduite tubulaire flexible est munie à l'intérieur de la gaine d'étanchéité, d'une couche, par exemple métallique, qui, bien que non étanche, s'intercalles entre la gaine étanche à réticuler et le fluide utilisé pour provoquer la réticulation, par exemple de l'eau chaude. Une telle couche métallique est par exemple constituée par un feuillard agrafé dans le cas habituel des flexibles à conduit intérieur rugueux appelés "Rough Bore" en terminologie anglo-saxonne, fabriqués par la société demanderesse. Une telle couche intérieure non étanche semble, à priori, constituer un obstacle empêchant l'eau d'atteindre la gaine d'étanchéité à réticuler ; on s'attend ainsi, normalement, à constater que l'opération de réticulation avec l'apport d'eau par l'intérieur du tube devient, dans ces conditions, beaucoup moins efficace, voire même impossible à réaliser dans un délai raisonnable. Il a cependant été trouvé, de façon surprenante, qu'une gaine d'étanchéité en polyoléfine, préférentiellement en polyéthylène, disposée autour d'une couche interne non étanche peut être réticulée de façon efficace et dans des délais acceptables selon le procédé de l'invention, en faisant

circuler de l'eau chaude à l'intérieur de la conduite tubulaire flexible. En effet, des essais sur prototypes ont montré, sans qu'on ait pu, à ce jour, expliquer ce phénomène, que l'eau nécessaire au développement du processus de réticulation peut se propager de façon homogène et sans retard excessif dans toutes les parties de la gaine plastique étanche malgré la présence de la couche interne non étanche, en particulier dans le cas où cette dernière est constituée, sous la forme d'un tuyau métallique flexible, par l'enroulement hélicoïdal d'une bande métallique profilée à double agrafage, telle qu'un feuillard agrafé remplissant la fonction de carcasse interne de la conduite tubulaire flexible. Dans un tel cas, dans le but de réduire la durée de l'opération de réticulation, il peut être avantageux selon l'invention, de prévoir des moyens garantissant non seulement la température pendant le temps de réaction, mais aussi une pression minimale. La zone critique étant l'extrémité en aval de la conduite flexible où l'on trouve à la fois la température la plus basse et la pression interne la plus faible, il a été trouvé en effet que le taux de réticulation peut atteindre plus rapidement la valeur désirée lorsque la pression interne exercée à l'extrémité en aval de la conduite flexible par la circulation du fluide utilisé est égale ou supérieure à la pression minimale définie ci-dessus. La valeur de la pression minimale est fonction des caractéristiques de la couche interne non étanche et de la structure de la conduite flexible, et peut être déterminée grâce à des essais de réglage préalables. Elle peut atteindre, selon les cas, par exemple de quelques bars à quelques dizaines de bars, la valeur minimale étant d'environ 3 bars, et les valeurs recommandées dans la pratique étant couramment de l'ordre de 20 bars. La circulation du fluide utilisé à l'intérieur de la conduite flexible doit être assurée sous une pression au moins égale à la somme de ladite pression minimale en aval et de la perte de charge dans la longueur de la conduite flexible et des canalisations de raccordement.

En alternative, pour effectuer la réticulation d'un simple tube ou d'une gaine non recouverte par des couches d'armure et/ou au moins une autre gaine plastique, on peut également, selon un procédé en soi connu, disposer le tube ou la conduite gainée dans

une enceinte, soit en spires posées à plat, soit en l'enroulant sur une bobine. On peut alors faire circuler dans l'enceinte de la vapeur d'eau chauffée à une température de, par exemple 90° à 100°C, à la pression atmosphérique ou sous une faible pression. Dans le cas des conduites flexibles continues de grande longueur, et en particulier des conduites flexibles de diamètre important (supérieur à 25 mm et pouvant atteindre 500 mm, couramment de 40 à 300 mm) et dont les tubes ou gaines d'étanchéité ont une forte épaisseur (de 3 mm à 12 mm ou plus) du genre des flexibles à haute résistance mécanique tels que ceux fabriqués par la société déposante, il a été trouvé que l'application de cette méthode de réticulation par l'extérieur soulève des difficultés et devient, dans certains cas, pratiquement irréalisable. En effet, du fait de leur poids et de leur longueur, ces flexibles sont normalement disposés enroulés à spires jointives et en nappes successives et nombreuses sur des bobines, de façon à faciliter leur manutention et limiter l'encombrement global du volume occupé par la conduite flexible. L'épaisseur totale des couches de flexibles ainsi enroulées les unes autour des autres devient excessive, et il est alors pratiquement impossible, dans un délai raisonnable, de porter à la température voulue les parties de la conduite qui, se trouvant au centre de l'enroulement, sont thermiquement isolées par les couches périphériques du débit de vapeur d'eau chauffée. En outre, au delà de certaines limites de longueur et de diamètre, le tube plastique en polyéthylène chauffé à la température de réticulation risquerait de se déformer de façon inacceptable.

Une solution consiste à déserrer les spires et à écarter les unes des autres les nappes; mais, outre qu'il en résulterait une augmentation préjudiciable du volume, déjà considérable, occupé par la conduite, une telle procédure compliquerait excessivement les opérations de fabrication.

Dans une variante particulièrement avantageuse, on effectue à l'intérieur de la conduite flexible une circulation d'eau ou de fluide contenant de l'eau chauffé à une température suffisante, le tube ou la gaine interne d'étanchéité étant recouvert d'au moins une couche d'armure de renforcement. Ceci présente un avantage très intéressant. En particulier dans le cas

des conduites de grande longueur, la conduite flexible soumise aux conditions imposées par l'opération de réticulation est apte à résister aux efforts qui lui sont appliqués et qui peuvent être relativement importants, pression interne (déterminée par la perte de charge et, éventuellement la pression minimale nécessaire pour les flexibles "Rough Bore"), effort de traction (induit, en particulier, par l'effet de fond dû à la pression interne), et effort d'écrasement pour les spires centrales de l'enroulement. La méthode nouvelle de réticulation qui consiste à faire circuler le fluide utilisé par l'intérieur de la conduite flexible est ainsi facilitée et devient utilisable dans toutes les circonstances quelle que soit la longueur du flexible à traiter, grâce à la résistance mécanique que présente la structure particulière des couches constituant la paroi du flexible, alors que, précisément, les caractéristiques spécifiques de cette paroi rendent pour le moins très difficile l'utilisation d'un procédé qui consisterait à installer la conduite flexible enroulée à l'intérieur d'une enceinte remplie de vapeur d'eau chauffée.

De préférence, la conduite flexible est complètement terminée, y compris la gaine extérieure éventuelle, et avec ses organes de raccordement à chaque extrémité (les embouts) montés définitivement lorsqu'elle est raccordée à l'installation de réticulation assurant la circulation et le chauffage du fluide utilisé, la conduite flexible étant, de préférence, montée enroulée à spires jointives sur une bobine.

Selon un mode de mise en oeuvre particulièrement avantageux du procédé selon la présente invention, la conduite tubulaire flexible comporte, à l'extérieur du tube ou de la gaine d'étanchéité interne à réticuler, une armure de résistance comportant au moins une nappe de fils distincts et enroulés hélicoïdalement avec un certain jeu latéral entre fils adjacents, les fils pouvant, en particulier, être métalliques, et étant de section quelconque, par exemple de forme rectangulaire à coins arrondis. Autour de l'ensemble des nappes d'armures de résistance, la conduite flexible est complétée par une gaine plastique de protection extérieure, normalement étanche. Une ou plusieurs gaines intermédiaires peuvent en outre être disposées entre le tube ou la

gaine d'étanchéité interne et la gaine extérieure. On trouve ainsi, à l'extérieur du tube ou de la gaine interne en polyoléfine à réticuler, une ou plusieurs nappes de fils d'armure disposés à l'intérieur de l'espace annulaire délimité d'une part par le tube ou la gaine interne et, d'autre part, selon le cas, par la gaine extérieure ou une gaine intermédiaire. Dans une conduite flexible de ce type, en soi connu, le volume occupé, à l'intérieur dudit espace annulaire, par l'ensemble des fils d'armure laisse un espace annulaire libre qui peut valoir, par exemple entre 3% et 15% de l'espace annulaire total. Dans ce cas, la conduite flexible étant, lorsqu'elle est raccordée au dispositif de réticulation, de préférence complètement terminée, ou, au minimum, partiellement fabriquée de manière à comporter au moins une gaine plastique externe et une ou plusieurs nappes d'armure entre la dite gaine externe et le tube ou la gaine interne, l'amélioration du procédé selon l'invention consiste à mettre en communication avec l'extérieur l'espace annulaire libre qui est composé d'une série de chenaux libres continus de configuration générale hélicoïdale, chaque chenal correspondant à l'espace ouvert entre deux fils d'armure adjacents. Il a été trouvé qu'on extrait ainsi à l'extérieur de la conduite du fluide, en phase liquide et/ou gazeuse, qui se dégage, par l'extérieur du tube ou de la gaine sujette à réticulation, en fonction du développement du processus de réticulation. Bien que les quantités de fluide ainsi extraites soient relativement faibles, cette procédure permet d'améliorer sensiblement l'efficacité de l'opération de réticulation. Normalement, les fluides ainsi extraits se trouvent évacués à la pression atmosphérique. Alternativement, on peut augmenter encore l'efficacité de la procédure en réalisant l'extraction forcée des fluides. Il est par exemple possible d'injecter un fluide liquide et/ou gazeux, par exemple de l'eau ou de l'air à l'une des extrémités de l'espace annulaire pour assurer l'extraction des fluides. Avantageusement, l'extraction des fluides est accélérée par aspiration par exemple en utilisant une pompe à vide en créant une vide plus ou moins poussé dans l'espace annulaire. L'extraction des fluides à partir de l'espace annulaire libre peut se faire de diverses façons. On peut, par exemple, utiliser un passage percé

radialement à travers l'épaisseur d'une pièce métallique annulaire disposée autour de la paroi de la conduite flexible et faisant partie de l'embout monté à une extrémité de la conduite ; un exemple de perçage de ce genre est décrit dans le Brevet FR 2 630 809. On peut également pratiquer une ou plusieurs ouvertures provisoires à travers la gaine externe de la conduite flexible, les dites ouvertures étant obturées lorsque l'opération de réticulation est terminée.

Il est bien entendu que l'utilisation d'un panier (ou une cuve) dans lequel on love la conduite tubulaire flexible à réticuler, ne sort pas du cadre de la présente invention.

De préférence, des moyens d'isolation thermique sont disposés autour du volume occupé par la conduite flexible, par exemple, panneaux isolants ou couche souple isolante montée sur l'extérieur de la bobine (ou autre organe de stockage).

Lorsque la réticulation du tube ou de la gaine interne d'étanchéité est effectuée une fois que la fabrication de la conduite flexible est achevée, les embouts étant montés aux deux extrémités, il est intéressant de pratiquer un essai hydrostatique avant de commencer l'opération de réticulation, la pression d'épreuve pouvant être égale à la pression maximale de service (design pressure en terminologie anglo-saxonne) ou à 1,5 fois cette pression. Une conduite tubulaire flexible qui, par suite d'un défaut, n'est pas capable de supporter la pression d'épreuve est rejetée et l'on ne va pas poursuivre le processus de fabrication par réticulation de la gaine. Avantageusement, on utilise le même dispositif d'installation et de branchement de la conduite flexible pour réaliser l'essai hydrostatique et la réticulation.

Après achèvement de la réticulation, on procède avantageusement à l'essai hydrostatique final, la pression d'épreuve étant couramment égale à 1,5 fois la pression maximale de service. Cette procédure apporte l'avantage de n'avoir à effectuer le remplissage et la vidange du flexible qu'une seule fois. Il est encore possible, pour gagner du temps, de réaliser l'essai de pression hydrostatique pendant l'opération de réticulation en portant la pression de pompage du fluide utilisé à la valeur spécifiée pour l'essai, mais on est obligé de

dimensionner l'installation de réticulation pour résister à la pression d'épreuve.

Dans la mesure où la gaine d'étanchéité empêche la fuite d'eau vers l'extérieur de la conduite tubulaire flexible, l'eau contenue dans la conduite tubulaire flexible ne pourra pas servir à l'hydrolyse d'autres couches de polyoléfine, notamment du polyéthylène, de la conduite tubulaire flexible. Toutefois, la réticulation d'autres gaines en polyoléfine, notamment en polyéthylène, comme par exemple une couche de protection externe, ne sort pas du cadre de la présente invention. Pour réaliser la réticulation par hydrolyse de gaines plastiques externes, il est nécessaire de fournir l'eau nécessaire à la réaction. Ceci peut être réalisé, ainsi que décrit ci-dessus, en soumettant la gaine à réticuler à l'action de vapeur d'eau chauffée, la conduite flexible étant logée dans une enceinte fermée où l'on fait circuler la vapeur d'eau. Alternativement, la chaleur peut provenir aussi bien du fluide chaud circulant dans la conduite tubulaire flexible pendant le processus de réticulation de la gaine d'étanchéité, en totalité ou en combinaison avec la chaleur apportée par la vapeur d'eau.

Dans le cas de la réticulation d'une gaine extérieure ou intermédiaire, et également dans le cas du tube ou de la gaine interne d'étanchéité, l'eau nécessaire à la réaction d'hydrolyse peut, en totalité ou en partie, être déjà contenue à l'intérieur du matériau plastique à réticuler, de l'eau pouvant être produite à l'intérieur du matériau au fur et à mesure de la progression du processus de réticulation.

La présente invention s'applique notamment à la réalisation de tubes, par exemple plastiques, pour véhiculer de l'eau ainsi qu'à la réalisation de conduites tubulaires flexibles de structures composites, comportant au moins une armure résistant à la pression interne et aux charges axiales et, de préférence, une enveloppe extérieure telle qu'une gaine. L'armure peut comprendre une ou plusieurs nappes constituées par l'enroulement de fils métalliques ou plastiques, ou en matériau composite et/ou de fibres. En particulier, lesdites conduites tubulaires flexibles peuvent être du type à haute résistance mécanique utilisables

notamment en exploitation de champs pétroliers sous-marins. Elles peuvent également être du type flexible hydraulique, en particulier dans le cas des ombilicaux constitués par l'assemblage de plusieurs lignes hydrauliques qui sont utilisées également en exploitation des champs pétroliers sous-marins.

L'invention a principalement pour objet une conduite tubulaire flexible comportant un tube ou une gaine d'étanchéité interne en polyoléfine, notamment en polyéthylène, réticulé par hydrolyse.

L'invention a aussi pour objet une conduite tubulaire flexible caractérisée par le fait qu'elle comporte en outre une pluralité de couches distinctes comprenant au moins une nappe d'armures de renforcement et une gaine extérieure, la conduite tubulaire flexible résistant au moins à une pression interne de 20 bars et ayant un diamètre interne supérieur ou égal à 25 mm.

L'invention a aussi pour objet un procédé de fabrication de conduites tubulaires flexibles comportant un tube ou une gaine d'étanchéité en polyoléfine notamment en polyéthylène dont une étape consiste à réticuler par hydrolyse le tube ou la gaine en polyoléfine notamment en polyéthylène.

L'invention a aussi pour objet un dispositif de réticulation par hydrolyse d'éléments en polyoléfine notamment en polyéthylène, comportant une source d'eau et des moyens de chauffage, caractérisé par le fait que ledit dispositif comporte des moyens pour réaliser la connexion entre la source d'eau et une conduite tubulaire flexible comportant un tube ou une gaine d'étanchéité en polyoléfine notamment en polyéthylène à réticuler par hydrolyse.

L'invention sera mieux comprise au moyen de la description ci-après des figures annexées données comme des exemples non limitatifs parmi lesquels :

- la figure 1 est un organigramme du procédé selon la présente invention;

- la figure 2 est une vue en perspective d'un exemple de réalisation de conduite tubulaire flexible selon la présente invention;

- 20 -

- la figure 3 est un écorché montrant la structure d'un deuxième exemple de réalisation de conduite tubulaire flexible selon la présente invention;

- la figure 4 est un écorché montrant la structure d'un troisième exemple de réalisation de conduite tubulaire selon la présente invention;

- la figure 5 est un écorché montrant un quatrième exemple de réalisation de conduite tubulaire flexible selon la présente invention;

- la figure 6 est un schéma montrant un premier exemple de réalisation d'un dispositif de réticulation selon la présente invention;

- la figure 7 est un schéma montrant un second exemple de réalisation d'un dispositif de réticulation selon la présente invention;

- la figure 8 est un schéma montrant un exemple de réalisation d'une conduite tubulaire flexible ombilicale selon l'invention;

- la figure 9 est un schéma montrant une conduite tubulaire flexible de type flexible hydraulique de la conduite tubulaire flexible ombilicale de la figure 8;

- la figure 10 est un schéma illustrant un embout susceptible d'être mis en oeuvre dans le procédé selon la présente invention.

Sur les figures 1 à 10 on utilise les mêmes références pour désigner les mêmes éléments.

Sur la figure 1, on peut voir les étapes du procédé selon la présente invention.

En 1, on effectue la préparation d'un matériau plastique nécessaire à l'obtention de la gaine d'étanchéité en polyoléfine.

On va en 2.

En 2, on effectue la fabrication de conduites tubulaires flexibles.

On va en 3.

En 3, on effectue la connexion de la conduite tubulaire flexible à un dispositif de réticulation selon la présente

invention et l'on réalise une éventuelle isolation thermique de la conduite tubulaire flexible.

Il est ainsi particulièrement avantageux, dans le cas où la conduite tubulaire flexible concernée comporte d'autres couches autour du tube ou de la gaine d'étanchéité interne à réticuler (ainsi qu'illustré sur les figures 3,4 et 5), de procéder à l'opération de réticulation lorsque la fabrication des couches successives de la conduite est complètement terminée, les deux embouts d'extrémité étant montés définitivement et permettant de raccorder directement la conduite au dispositif de réticulation. Ce mode de mise en oeuvre présente l'avantage de rendre possible la réalisation de conduites flexibles présentant une longueur continue plus importante, malgré l'augmentation des pertes de charge, du fait que la structure de la conduite flexible est rendue capable, grâce à la présence des armures de renfort, de résister aux pressions internes élevées ainsi créées.

Alternativement, il est également possible de procéder à l'opération de réticulation avant d'avoir réalisé l'ensemble des couches qui doivent être mises en place autour du tube ou de la gaine étanche à réticuler. On peut ainsi raccorder la conduite flexible au dispositif de réticulation soit directement après la fabrication par extrusion du tube d'étanchéité 12 (figure 2 ou 3), ou de la gaine interne d'étanchéité 19 recouvrant le feuillard agrafé 18 (figure 4 ou 5), soit lorsque seulement une ou plusieurs des couches suivantes ont été réalisées, une ou plusieurs des couches extérieures n'étant pas encore fabriquées. Pour faciliter le raccordement, on peut monter aux extrémités des embouts provisoires.

On va en 42.

En 42 on effectue le remplissage de la conduite tubulaire flexible.

Alternativement, après remplissage et avant de commencer le chauffage, on peut procéder à un essai de mise sous pression préliminaire.

On va en 4.

- 22 -

En 4, on effectue le chauffage du fluide remplissant la conduite tubulaire flexible, avantageusement en assurant la circulation dudit fluide.

On va en 5.

En 5, on vérifie si la température minimale

θ_{\min} nécessaire à l'obtention de la réticulation, correspondant au temps de traitement prévu, a été atteinte.

Sinon, on va en 4.

Si oui, on va en 6.

En 6, on poursuit la circulation de l'eau en maintenant le chauffage assurant le maintien de la température θ_{\min} à l'intérieur de la conduite tubulaire flexible pendant la durée fixée pour l'opération.

On va en 7.

En 7 on arrête le chauffage de maintien de la température à un temps t_{\min} auquel la réticulation désirée a été atteinte.

On va en 8.

En 8, on effectue le refroidissement de la conduite tubulaire flexible selon la présente invention.

On va en 9.

En 9, on effectue avantageusement un test de la conduite tubulaire flexible selon la présente invention.

On va en 10.

En 10, la conduite tubulaire flexible selon la présente invention est réalisée et testée. Le procédé selon la présente invention a pris fin.

La préparation des matériaux plastiques de l'étape 1 dépend du type de conduite tubulaire flexible qu'on veut pouvoir réaliser. Pour la réalisation de conduites pour l'exploitation de champs pétroliers en mer, exigeant des conduites tubulaires flexibles de très haute qualité on réalise par exemple les deux composés suivants.

Pour le premier composé, on utilise par exemple du polyéthylène dont la densité par rapport à l'eau est supérieure à 0,930. On utilise avantageusement un homopolymère ou un copolymère d'éthylène ou un mélange des deux dont la densité est comprise

entre 0,930 et 0,965. La première étape consiste à créer des radicaux libres par action d'un initiateur de réaction (peroxyde) de façon à permettre le greffage des fonctions silanes. On effectue alors un greffage de motifs comprenant une ou plusieurs fonctions silanes. Avantageusement, on utilise un agent de type VTMO (vinyl tri methoxy silane), du chloropropyltrimethyl metoxyl silane, des epoxy tri metoxy silane ou du metacrylate tri methoxy silane. On effectue une extrusion et une granulation de ce "mélange greffé"

Pour le second composé, on prépare un mélange de polyéthylène, d'un ou plusieurs agents permettant de résister aux rayonnements ultra-violets, d'un ou plusieurs anti-oxydants et d'un catalyseur. On utilise par exemple 500 ppm de catalyseur. On utilise par exemple comme catalyseur du dioctyl dilaurat d'étain ou du di butyle dilaurate d'étain. La quantité de polyéthylène est suffisante pour permettre l'extrusion du second mélange couramment appelé "mélange maître". Après l'extrusion, on effectue une granulation.

Pour obtenir le matériau granulé à mettre en oeuvre pour fabriquer par extrusion le tube ou la gaine d'étanchéité en polyéthylène à réticuler on effectue le mélange des granulés des deux composés obtenus de façon à ce que les proportions du polyéthylène greffé silane correspondent par exemple à 98 % et que le mélange contenant l'anti-oxydant, l'anti U.V. et le catalyseur couramment appelé "mélange maître" soit équivalent à 2 %.

Il est alors possible de réaliser par extrusion le tube ou la gaine d'étanchéité d'une façon tout à fait classique. Les opérations décrites correspondent à la mise en oeuvre d'un procédé connu, du type "SIOPLAS". Il serait également possible de procéder à la fabrication du tube ou de la gaine extrudé en suivant un autre procédé faisant appel à une réaction d'hydrolyse, tel que par exemple le procédé "MONOSIL".

L'étape 2 de fabrication de la conduite tubulaire flexible dépend du type de conduite tubulaire flexible que l'on veut fabriquer.

Dans le cas d'une conduite tubulaire flexible 11 illustrée sur la figure 2 comportant uniquement un tube plastique étanche 12 en polyoléfine à réticuler, avantageusement en polyéthylène haute

densité, la fabrication de la conduite tubulaire flexible se résume à une extrusion.

La conduite tubulaire flexible 11 de la figure 3, comporte un tube d'étanchéité 12 interne en polyéthylène, une première voûte 13 pour résister à l'effet radial de la pression, une seconde voûte pour augmenter la résistance à la pression 14, une gaine plastique intermédiaire 15, deux nappes d'armures croisées 16 pour résister à la traction axiale, et une couche plastique de protection externe 17.

La couche 12 assure l'étanchéité notamment du pétrole brut. Elle est avantageusement réalisée par extrusion à partir du mélange granulé à réticuler, préparé, comme décrit ci-dessus.

La couche 13 permet de résister à la pression interne ou à la pression externe et garantit l'absence d'interstices trop grands entre spires. Elle est réalisée par enroulement à faible pas (spiralage) d'un fil de forme auto-agrafable (par exemple en forme de Z).

La couche 14 augmente la résistance à la pression interne et externe, elle est réalisée par spiralage d'un fil de section, par exemple rectangulaire.

La couche 15 est réalisée couramment par extrusion. Elle peut être étanche ou non étanche.

Les armures croisées 16 permettent de résister à la traction axiale. Elles sont posées avec un angle par exemple à 35°.

La couche externe 17 assure la protection de la conduite tubulaire flexible pendant les opérations de pose une fois la conduite tubulaire flexible posée, elle empêche l'eau de mer de pénétrer à l'intérieur de la conduite tubulaire flexible. La couche 17 est réalisée couramment par extrusion.

La conduite tubulaire flexible 11 illustrée sur la figure 4, comporte en outre un feuillard agrafé 18 placé à l'intérieur d'une gaine d'étanchéité 19 en polyoléfine à réticuler.

En fonction des caractéristiques particulières propres à la structure de la conduite tubulaire flexible 11 à traiter, la présence du feuillard agrafé 18 à l'intérieur de la gaine d'étanchéité 19 peut retarder, plus ou moins, le développement du processus de réticulation. Il a été découvert qu'en maintenant une

pression interne suffisante dans la conduite tubulaire flexible 11, par exemple 20 bars, on pouvait atteindre plus rapidement la valeur désirée du taux de réticulation. Ceci permet, en particulier, d'augmenter la partie de la surface intérieure de la gaine d'étanchéité interne à réticuler 19 qui constitue l'interface en contact avec l'eau, en phase liquide ou gazeuse, présente dans le fluide qui est contenu dans la conduite tubulaire flexible.

Sur la figure 5 on peut voir une conduite tubulaire flexible 11 simplifiée comportant un feillard agrafé 18 entourée par une gaine d'étanchéité 19, des armures croisées 16 de résistance à la traction posées avec un angle sensiblement égal à 55° pour réaliser une conduite tubulaire 11 équilibrée et une gaine externe 17.

Il est bien entendu que l'utilisation d'armures non métalliques, utilisant par exemple des fibres, par exemple des fibres de verre, d'aramide ou des fibres disposées dans une matrice thermodurcissable ou thermoplastique, ne sort pas du cadre de la présente invention.

En 3 (de la figure 1) on effectue la connexion de la conduite tubulaire flexible réalisée à un dispositif de réticulation tel qu'illustré sur les figures 6 ou 7.

Une des originalités de l'invention réside dans l'utilisation de la conduite tubulaire flexible elle-même pour réaliser la réticulation de la gaine d'étanchéité.

En 42, on assure le remplissage de la conduite tubulaire flexible avec un fluide assurant l'apport de chaleur et/ou d'eau nécessaire à une réticulation par hydrolyse.

Avantageusement, on utilise de l'eau à une température élevée, toutefois inférieure au seuil de fusion des petites cristallites soit environ 120°C pour assurer l'élévation puis le maintien de la température ainsi que l'apport de l'eau nécessaire à la réaction d'hydrolyse. L'eau est de préférence sous forme liquide. Toutefois, l'utilisation de la vapeur d'eau ne sort pas du cadre de la présente invention. Pour une isolation thermique donnée, il sera souvent nécessaire d'obtenir des débits très importants de vapeur d'eau pour assurer le maintien de la température minimale garantissant la réalisation de la réticulation

désirée pendant le temps de réaction. Toutefois, la vapeur d'eau ayant une très faible viscosité, le maintien de ces débits peut être assuré. Avant de procéder à la circulation de vapeur chauffée, il est avantageux de faire circuler de l'air chaud.

Avantageusement, lors de l'opération de remplissage avec de l'eau de la conduite tubulaire flexible, on s'assure de chasser l'air pour éviter de former un mélange difficilement contrôlable.

En 4, on assure le chauffage initial nécessaire pour atteindre à l'extrémité en aval de la conduite flexible au moins la température minimale θ_{\min} à laquelle on veut voir se réaliser la réaction de réticulation. Cette condition est obtenue en effectuant la circulation du fluide utilisé, par exemple de l'eau, avec un débit suffisamment élevé pour que l'abaissement de la température de l'extrémité amont à l'extrémité en aval de la conduite reste inférieure à la valeur minimale fixée pour l'opération, en fonction, en particulier, de la durée prévue pendant laquelle on doit assurer la circulation d'eau chaude en maintenant la température dans les limites déterminées. Simultanément, on s'assure que l'intensité du chauffage reste à l'intérieur des limites telles que la température à l'extrémité amont de la conduite flexible reste inférieure à la température maximale θ_{\max} imposée. Cette limite θ_{\max} , par exemple 98°C, est fixée de façon à ce que la résistance à la compression du polyéthylène reste supérieure à un certain minimum, par exemple 5 MPa.

Comme on le voit en 5, on maintient le chauffage initial réglé de façon à ce que la température d'entrée ne dépasse pas θ_{\max} , ainsi que le débit, tant que la température minimale n'a pas été atteinte.

Ainsi, par exemple, l'intensité du chauffage et le débit d'eau sont réglés de façon à ce que la température θ en tout point du tube ou de la gaine à réticuler soit maintenue entre 92 et 98°C (98°C à l'entrée et 92°C à la sortie).

Quand la température minimale a été atteinte, on continue, comme illustré en 6, à faire circuler l'eau en contrôlant l'intensité du chauffage et le débit de façon que les températures à l'entrée et à la sortie de la conduite flexible restent

respectivement inférieures à θ_{\max} et supérieures à θ_{\min} . L'opération est ainsi poursuivie pendant un temps minimal garantissant le taux de réticulation désiré. Par exemple, avec le polyéthylène décrit plus haut, on obtient pour une température minimale de 92°C à l'intérieur de la conduite tubulaire flexible, pendant un temps t égal à quatre jours, une réticulation d'au moins 75 %; une prolongation du processus permet en combinaison avec une augmentation du taux de VTMS, de peroxyde et de catalyseur d'atteindre une réticulation de 85 %. La durée minimale pendant laquelle l'opération de réticulation doit être réalisée pendant l'étape 6, à partir du moment où la température minimale θ_{\min} est atteinte en tout point de la canalisation, est déterminée à partir d'essais préliminaires qui ont pour but de déterminer la cinétique de réticulation. On peut ainsi procéder à la réticulation de divers échantillons d'un matériau identique à celui prévu pour la fabrication du tube ou de la gaine en polyoléfine réticulée, ces essais de réticulation étant réalisés à des températures variées. Pour chacune des températures de réticulation ainsi essayées, on mesure, en fonction de la durée d'opération, l'évolution du taux de réticulation obtenu, cette détermination pouvant avantageusement être faite par la mesure du taux de gel. Dans les conditions de mise en oeuvre de l'invention, il a été trouvé que la température de réticulation doit être, avantageusement, supérieure à 85°C et de préférence à 90°C, ce qui permet d'obtenir dans un délai raisonnable, un taux de réticulation au moins égal à 80% du taux de réticulation potentiel, et pouvant, couramment, atteindre près de 100% de cette valeur. Pour un matériau réticulable de composition donnée, le taux potentiel correspond à la valeur limite vers laquelle tend le taux lorsque la durée de l'opération augmente. Il est particulièrement important dans le cas de la fabrication des conduites flexibles destinées aux installations pétrolières en mer, de réduire le temps requis pour l'opération car il retarde le délai de livraison, ce délai étant généralement d'une importance critique.

Sur la base des essais préliminaires, on détermine ainsi la durée minimale requise pour l'opération de façon à obtenir le taux de réticulation fixé, en fonction de la température envisagée,

cette température devant correspondre à la température minimale à respecter en tout endroit du matériau soumis à réticulation, c'est-à-dire dans la pratique, à la température de sortie θ sortie à l'extrémité en aval de la conduite raccordée au dispositif de réticulation. La température θ entrée à l'extrémité amont étant fixée à une valeur donnée limitée à un maximum θ_{\max} définie comme décrit ci-dessus, on peut alors déterminer le débit de circulation d'eau nécessaire pour maintenir la chute de température (θ entrée - θ sortie) inférieure à la valeur prévue et les pertes de charge correspondantes ainsi que, en fonction de l'isolation thermique 22, la puissance de chauffage permettant de maintenir la température θ entrée à la valeur fixée. Il est ainsi possible, dans chaque cas, d'optimiser les paramètres de conduite de l'opération, la durée totale pouvant être réduite au prix d'une augmentation du débit et de la puissance de chauffage.

Les paramètres de conduites de l'opération étant ainsi fixés pour une fabrication donnée, on peut garantir sur ces bases la qualité finale du produit en réalisant l'opération de réticulation pendant une durée au moins égale à la durée minimale déterminée, comme ci-dessus, le débit de circulation d'eau chaude étant maintenu à une valeur au moins égale à la valeur également mentionnée ci-dessus. La température θ entrée étant mesurée par un capteur, par exemple un thermocouple 44 monté sur le circuit du dispositif de réticulation juste avant son raccordement avec l'extrémité amont de la conduite flexible, l'intensité de chauffage est réglée en permanence de façon à ce que θ entrée soit toujours au moins égale à la valeur prévue comme ci-dessus, tout en restant inférieure à la limite θ_{\max} . Par référence aux essais préliminaires, on a ainsi l'assurance que le taux de réticulation obtenu est en tout point de la conduite flexible, au moins égal au taux fixé, y compris à l'extrémité en aval de la conduite, là où la température, et par conséquent le taux de réticulation, sont les plus faibles. On peut compléter le dispositif avec une mesure directe de θ sortie par un deuxième capteur, par exemple un thermocouple 45 sur le circuit de

réticulation juste après son raccordement avant l'extrémité en aval de la conduite flexible.

En outre, on peut, lorsqu'une opération de réticulation a été réalisée, pour la première fois, sur une conduite flexible de caractéristiques données et dans des conduites opérationnelles données, vérifier le résultat obtenu en coupant l'embout de l'extrémité en aval pour mesurer directement le taux de réticulation. Cette vérification sur la première fabrication permet alors de qualifier toutes les fabrications ultérieures pour les conduites flexibles de mêmes caractéristiques.

Dès que le temps minimal a été atteint, on est sûr d'être en présence d'une gaine d'étanchéité réticulée au taux désiré.

On notera qu'une première étape préliminaire de réticulation a déjà été réalisée pendant la phase transitoire de montée en température correspondant aux étapes 4 et 5, et que, de la même façon, une étape complémentaire de réticulation est accomplie pendant la phase transitoire finale de refroidissement correspondant à l'étape 8. Ces phases complémentaires du processus de réticulation venant s'ajouter à l'opération principale de réticulation qui est accomplie pendant une durée au moins égale à la durée minimale et correspond à l'étape 6, il en résulte une marge de sécurité permettant de renforcer l'assurance que le taux de réticulation visé a bien été obtenu. Alternativement, il est également possible de prendre en compte, en tout ou en partie, le complément de processus de réticulation résultant des phases transitoires initiale et finale.

A partir de ce moment là, (étape 7) de la figure 1, il est possible d'effectuer le refroidissement (étape 8) de la conduite tubulaire flexible. Ce refroidissement peut être obtenu par exemple en enlevant l'isolation thermique 22, décrite ci-après, mise en place à l'étape 3 et ou en assurant le refroidissement de l'eau circulant dans la conduite tubulaire flexible.

Avantageusement, pour plus de sécurité, on effectue une mesure de la réticulation obtenue chaque fois que l'on change de caractéristique importante de la conduite tubulaire flexible risquant d'influencer le processus de réticulation. Ce test est par exemple effectué en démontant l'embout du côté aval, en découpant

une partie de la gaine réticulée et en mesurant le taux de réticulation atteint. On remonte un embout si la conduite tubulaire flexible répond au cahier des charges.

Les conduites tubulaires flexibles doivent nécessairement subir en fin de fabrication un test en les soumettant à une pression hydrostatique. Dans le cas où la conduite tubulaire flexible 11 se trouve dans son état de fabrication final, les embouts d'extrémité 25 étant déjà montés, il est possible de procéder à l'étape 9 à l'essai de pression de fin de fabrication. Dans le cas où la conduite 11 raccordée au dispositif de réticulation se trouve dans un état intermédiaire de fabrication et doit être complétée par d'autres couches de la structure telles que voûte de pression et/ou armure et/ou autres gaines extrudées, la conduite est déconnectée à la fin de l'étape 8, en vue de procéder à l'achèvement de la fabrication de façon classique. Il est bien entendu que les conduites tubulaires flexibles non testées où dont le test est effectué ultérieurement, ne sortent pas du cadre de la présente invention.

Sur la figure 6, on peut voir un premier exemple de réalisation de dispositif de réticulation selon la présente invention. Le dispositif de la figure 6 comporte une source d'eau chaude et des moyens pour faire circuler l'eau chaude dans la conduite tubulaire flexible 11. L'eau chaude provient par exemple d'un premier réservoir 20 contenant de l'eau à 80°C pour assurer le préchauffage de la conduite tubulaire flexible 11 ou d'un second réservoir 21 contenant l'eau dont la température est comprise entre 95 et 98°C. Les réservoirs 20 et 21 sont reliés, à l'aller comme au retour, par des vannes 26 au circuit général d'eau. Dans l'exemple de la figure 6, l'eau est mise en circulation par un ensemble de deux pompes 27. La pression assurée par les pompes 27 est déterminée en fonction du débit requis par les pertes de charge dans la longueur de la conduite flexible et dans les canalisations et organes du dispositif de réticulation, ainsi que, le cas échéant, par la pression minimale prévue à l'extrémité en aval de la conduite flexible principale. Le circuit d'eau principal est connecté, par l'intermédiaire de dispositifs de connexion 24, permettant l'introduction de racleurs ou autres souris dans le

circuit de canalisation, à des embouts 25 préalablement montés à chaque extrémité de la conduite tubulaire flexible 11. Dans l'exemple illustré sur la figure 6, la conduite tubulaire flexible est enroulée sur un support 23, avantageusement sur une bobine. Elle est isolée thermiquement par une isolation thermique 22. Le seul fait d'enrouler la conduite tubulaire flexible sur une bobine 23 limite les déperditions calorifiques à une puissance de, par exemple, 180 kW pour une température externe de 0°C et une température d'entrée de 98°C et avec une différence de température entre l'entrée et la sortie de la conduite tubulaire flexible à réticuler de 6°C. L'isolation thermique peut consister par exemple en une isolation des joues et des spires externes. Les déperditions thermiques dépendent des dimensions de la bobine et de la qualité de l'isolation. Dans un exemple de réalisation de l'isolation thermique, les pertes sont égales à 70 kW pour une bobine d'un diamètre de 8,2 m.

L'isolation thermique est particulièrement avantageuse dans le cas des diamètres relativement petits, inférieurs à environ 100 mm.

Sur la figure 7, on peut voir un second exemple de réalisation du dispositif de réticulation selon la présente invention. Le dispositif de la figure 7 comporte un réservoir 20 susceptible de remplir le circuit de circulation d'eau ainsi que la plus grosse conduite tubulaire flexible que l'on veut pouvoir traiter. Le dispositif selon la présente invention comporte un dispositif de chauffage 35 assurant l'élévation et le maintien de la température nécessaire à la réaction de réticulation. La circulation de l'eau de la conduite à réticuler est assurée, par exemple, par une des deux pompes 27 présentes dans le circuit. Le maintien d'une pression minimale à l'extrémité en aval de la conduite tubulaire flexible est avantageusement assuré par une pompe 29 induisant, par exemple une pression inverse de 20 bars. Alternativement, la pression minimale peut être obtenue en faisant circuler le fluide sortant de la conduite flexible à travers un orifice calibré tel qu'une buse, ou duse (choke en terminologie anglo-saxonne) ou en branchant sur le circuit de fluide un accumulateur à gaz réglé à la pression voulue.

Avantageusement, le refroidissement de l'étape 8 de la figure 1 est assuré par un dispositif de refroidissement 36 qui peut être isolé par des vannes 26. Dans l'exemple illustré sur la figure 7, un groupe d'épreuve hydraulique 43 permet d'assurer l'essai de pression de la conduite tubulaire flexible après réticulation. Avantageusement, le dispositif selon la présente invention comporte des dispositifs classiques permettant le fonctionnement des circuits hydrauliques. L'entraînement, notamment des pompes, est assuré par des moteurs électriques 28. Un adoucisseur 40 fournit au réservoir 20 une eau débarrassée des sels minéraux. Un poste d'injection 41 fournit au circuit hydraulique des agents inhibiteurs de corrosion.

On peut être amené à devoir traiter des conduites tubulaires flexibles dont le diamètre interne est compris par exemple entre 10 et 500 mm, typiquement entre 75 et 300 mm. De plus, pour un même diamètre de bobine de stockage 23 la longueur de stockage augmente lorsque le diamètre de la conduite diminue. Par exemple, pour des conduites tubulaires flexibles classiques pour l'exploitation pétrolière en mer, on peut stocker 6,2 km de conduites tubulaires flexibles d'un diamètre interne de 75 mm et 950 m de conduites tubulaires d'un diamètre interne de 300 mm. Les pertes de charge augmentant avec la longueur et lorsque le diamètre diminue, il s'avère avantageux d'utiliser pour les conduites tubulaires flexibles dont le diamètre interne est par exemple inférieur à 75 mm une pompe différente de celle utilisée pour les conduites tubulaires flexibles d'un diamètre interne égal ou supérieur à 75 mm.

Le débit nécessaire pour maintenir la différence de température (θ entrée - θ sortie) inférieure à la limite fixée est assuré par les pompes 27. Pour les dimensions en diamètre et longueur de conduites tubulaires flexibles habituellement réalisées, telles que décrites ci-dessus, le débit nécessaire varie entre par exemple 5 tonnes d'eau à l'heure pour un diamètre interne de 50 mm, et environ 50 tonnes à l'heure pour un diamètre interne égal ou supérieur à 150 mm. Dans le cas où les capacités de stockage sur bobine ou dans un panier pourraient être, dans

l'avenir, 2 à 5 fois, par exemple, plus grandes qu'actuellement, le débit nécessaire pourrait atteindre 100 à 200 tonnes à l'heure.

Dans le cas de la figure 7, les moyens de chauffage 35 nécessaires, dans une première phase de l'opération correspondant aux étapes 4 et 5, pour obtenir la température θ_{\min} en tout point de la conduite 11 dans un délai raisonnable, (c'est en général le critère de dimensionnement de la puissance de chauffage) et, par la suite, pendant l'étape 6 à compenser les déperditions thermiques de manière à assurer le maintien de la température au dessus de θ_{\min} , comprennent une chaudière 33, générant de la vapeur basse pression, effectuant le réchauffement du circuit d'eau principal, par l'intermédiaire d'un échangeur 31. Avantagusement, le circuit vapeur basse pression comporte un groupe d'expansion 32. Le retour de la vapeur condensée à la chaudière 33 est assuré par une pompe 30. Dans l'exemple illustré, la chaudière est chauffée par des brûleurs à gaz 34. La chaudière a par exemple une puissance de 600 kW pour le traitement d'une bobine et de 1000 kW pour le traitement simultané de quatre bobines 23 de conduite tubulaire flexible. Le capteur 45, par exemple un thermocouple, disposé sur la canalisation de circulation de l'eau à proximité de la connexion aval 24, permet de mesurer la température de l'eau à la sortie, θ_{sortie} , et de vérifier que θ_{sortie} reste supérieur ou égal à la température minimale garantissant la réalisation de la réticulation désirée, θ_{\min} .

Pour pouvoir garantir que la température de l'eau circulant dans la conduite tubulaire flexible à traiter n'excède pas la température maximale fixée θ_{\max} , le circuit d'eau est muni d'une première vanne trois voies 39, permettant de mélanger l'eau chaude provenant de l'échangeur 31 avec l'eau refroidie en provenance de la conduite flexible et qui a été portée par l'une des pompes 27 à la pression permettant d'assurer la valeur de débit fixée. On peut ainsi régler la température $\theta_{\text{entrée}}$ d'entrée dans la conduite flexible à la valeur fixée, la température $\theta_{\text{entrée}}$ d'entrée étant mesurée par un capteur 44, par exemple un thermocouple, ce qui permet de garantir que la température de l'eau circulant dans la conduite n'excède pas la température maximale θ_{\max} fixée. Une seconde vanne trois voies 39 permet le

remplissage initial de la conduite tubulaire flexible à traiter en connectant le réservoir 20 à une des pompes 27. Une fois le remplissage effectué, la seconde vanne trois voies 39 permet de former un circuit fermé excluant le réservoir 20.

Avantageusement, les circuits de refroidissement 36 comportent un aéro réfrigérant comportant une hélice 37 entraînée par un moteur électrique 28 soufflant sur un radiateur 38. Pour un débit d'air de 50 tonnes à l'heure, avec une température externe de 20°C, on arrive à ramener la température d'une conduite tubulaire flexible de 98°C à 35°C au bout de 24 heures.

Dans une variante intéressante, non illustrée, le dispositif de réticulation, par exemple semblable à celui illustré par la figure 7, peut être complété par un poste d'alimentation en catalyseur qui peut être disposé, par exemple, de façon analogue au poste d'injection 41 des agents inhibiteurs de corrosion.

On a ainsi par exemple obtenu les valeurs suivantes :

EXEMPLE 1:

essais sur un flexible type "Rough-Bore"

- diamètre interne : 101,6 mm
- épaisseur de la gaine 19 en polyéthylène : 6 mm
- température minimale maintenue à la sortie
 θ_{\min} : 90°C
- taux de réticulation obtenu égal à :
 - . au bout de 60 heures : 65%
 - . au bout de 90 heures : 70%
 - . et pratiquement égal au taux de réticulation
potentiel de 72% en moins de 120 heures.

EXEMPLES 2, 3, 4 et 5

concernant des conduites lisses
(Smooth Bore) avec un tube interne 12 en
polyéthylène :

EXEMPLE 2

- tube interne 12 de diamètre 63 mm, épaisseur 5 mm
- température minimale assurée : 95°C
- durée de l'opération de réticulation : 48 heures
- taux de réticulation obtenu : 71%
pour un taux de réticulation potentiel de 74%

EXEMPLE 3

- tube interne 12 de diamètre 304,8 mm, épaisseur 10 mm
- longueur de conduite flexible : 950 mètres
 - température minimale : 92°C
 - durée : 96 heures
 - taux de réticulation obtenu : 69%
- avec un débit d'eau chaude : 50 tonnes/heure, assurant une réduction de température (θ entrée - θ sortie) = 6°C et déterminant une perte de charge dans la conduite flexible 11 égale à 0,025 bars.

EXEMPLE 4

- Tube interne 12 de diamètre 50,8 mm, épaisseur 10 mm
- longueur de conduite : 7000 m
 - température minimale : 92°C
 - durée : 96 heures
 - taux de réticulation obtenu : 69%
- avec un débit d'eau chaude : 9 tonnes/heure, assurant une réduction de température = 6°C en association avec une isolation thermique importante et déterminant une perte de charge de 34 bars.

EXEMPLE 5.

- Tube interne de diamètre 101,6 mm
- épaisseur : 6 mm
 - conduite de longueur : 6000 m
 - température minimale : 94°C
 - durée : 72 heures
 - taux de réticulation obtenu : 68%
- pour un taux de réticulation potentiel de 70% avec un débit de 25 tonnes d'eau par heure, assurant une différence de température de 4°C et déterminant une perte de charge 9,5 bars.

EXEMPLES 6 et 7 concernant des fabrications de conduites prototypes du type "Rough Bore" avec carcasse interne en feuillard agrafé.

EXEMPLE 6

- Conduite flexible comprenant, de l'intérieur vers l'extérieur :

- 36 -

- . Carcasse interne 18. Feuillard agrafé.
diamètre intérieur : 152,4 mm
 - . Gaine étanche 19 en polyéthylène réticulé :
 - diamètre intérieur : 165 mm
 - diamètre extérieur : 177 mm
 - épaisseur : 6 mm
 - . Armure 16 composée de 2 nappes de fils en acier enroulés hélicoïdalement
 - . Gaine extérieure 17 en polyéthylène non réticulé.
 - Longueur de la conduite flexible raccordée au dispositif de réticulation : 3.600 mètres.
 - Paramètres principaux de l'opération de réticulation :
 - . Débit : 60 M³/heure
 - . Pression en aval de la conduite flexible : 25 bars
 - . Pression en amont de la conduite flexible : 33 bars
 - . Perte de charge dans la conduite flexible : 8 bars
 - . Température à l'entrée de la conduite flexible : 105°C
 - . Température à la sortie de la conduite flexible :
100°C
 - . Durée de la phase initiale de montée en température :
16 heures
 - . Durée de l'opération à température constante : 120
heures.
 - . Durée de la phase terminale de refroidissement :
20 heures.
 - . Taux de gel mesuré à l'extrémité aval de la conduite,
dans la zone de la gaine de polyéthylène où le taux de
réticulation est le plus faible : 74 %.
- Le dispositif ne comportait pas de moyen d'isolation thermique à l'extérieur de la conduite flexible enroulée sur une bobine.

EXEMPLE 7

- Conduite flexible comprenant, de l'intérieur vers l'extérieur :
 - . Carcasse interne 18 de diamètre intérieur : 152,4mm
 - . Gaine étanche 19 en polyéthylène réticulé
 - diamètre intérieur : 165 mm

- 37 -

- diamètre extérieur : 177 mm
- épaisseur : 6 mm
- . armure 16 composée de 2 nappes de fils acier enroulés hélicoïdalement
- . gaine en polyéthylène
- . couche d'isolation thermique épaisseur 16,5 mm en PVC expansé
- . gaine extérieure en polyéthylène non réticulé.
- Longueur totale de la conduite flexible enroulée sur une bobine, raccordée au dispositif de réticulation : 4.262 mètres
- Paramètres principaux de l'opération de réticulation
 - . Débit 50 à 55 m³/h
 - . Pression en aval de la conduite flexible : 25 bars
 - . Pression en amont de la conduite flexible : 32 à 33 bars
 - . Température à l'entrée de la conduite flexible : 100°C
 - . Température à la sortie de la conduite flexible : 95°C
 - . Montée en température initiale : 14 heures
 - . Maintien à température constante : 240 heures
 - . Refroidissement : 18 heures
- Taux de gel mesuré à l'endroit de sa valeur la plus faible : 74 %.

Il est à noter que, dans le cas de cet exemple 7, l'isolation thermique intégrée dans la paroi de la conduite flexible joue un rôle favorable, analogue au rôle que joueraient les moyens d'isolation thermique qui peuvent être disposés, ainsi qu'illustré en 22 des figures 6 et 7, autour du volume occupé par la conduite flexible. Il est clair, par contre, que, par rapport à une conduite flexible non isolée, il serait encore plus difficile, en fait pratiquement impossible, de réaliser la réticulation de la gaine interne étanche 19 d'une telle conduite flexible avec isolation thermique en utilisant une méthode connue de réticulation avec apport de chaleur par l'extérieur de la conduite.

Des échantillons de tube d'épaisseur 6 mm réalisés en polyéthylène présentant des taux de réticulation variant entre 70 et 74% et une densité de 0,945 ont été placés dans une enceinte

autoclave chauffée à 100°C, et alternativement remplie de pétrole brut et de méthane. Les échantillons sont ainsi soumis à une succession de cycles de pressurisation et dépressurisation, la pression variant très rapidement entre 100 bars et la pression atmosphérique. La procédure d'essai consiste à répéter des séries de cycles élémentaires pressurisation/dépressurisation, chaque série durant 200 heures et comportant 10 cycles en présence de pétrole brut et 10 cycles en présence de méthane.

Un premier lot d'échantillons (échantillons A) a été réalisé par un procédé de type SIOPLAS avec les caractéristiques suivantes :

- 95 % de mélange greffé constitué par un polyéthylène greffé de densité 0,943, la silane utilisée étant la VTMO
- 5 % de mélange maître à base de polyéthylène de densité 0,943 et comportant le DBTDL utilisé comme catalyseur.

On a réalisé ainsi des échantillons de polyéthylène réticulé par silane présentant un taux de réticulation mesuré de 72 %, très voisin du taux de réticulation potentiel.

Ces échantillons A ont subi 50 séries de 20 cycles, la durée totale atteignant 10.000 heures. On n'a observé aucune trace de cloquage ni de fissuration dans les échantillons.

Sur la base de l'expérience acquise relative au comportement des polymères et/ou copolymères en service dans les conditions réelles d'utilisation, en comparaison avec les résultats obtenus par les mêmes matériaux soumis à la procédure d'essai décrite ci-dessus, il a été établi que les gaines ou tubes d'étanchéité interne de conduites tubulaires flexibles réalisés avec de tels matériaux plastiques présentent une bonne résistance aux hydrocarbures dans les conditions réelles d'exploitation et pendant des durées d'utilisation importantes lorsque les échantillons du matériau constituant le tube ou la gaine ont subi avec succès les essais décrits ci-dessus pendant une durée de 10.000 heures. Les résultats ainsi obtenus montrent que, contrairement à ce qui était admis jusqu'alors, des tubes ou gaines en polyoléfine, et particulièrement en polyéthylène, réticulé par silane présentent une compatibilité tout à fait satisfaisante avec les hydrocarbures bruts.

Les essais (sur échantillons) décrits ci-dessus sont réalisés en appliquant une méthode dont le principe a été exposé lors de la conférence "Improved Thermoplastic Materials Thermoplastic Materials for Offshore Flexible Pipes" donnée par F.A. DAWANS, J. JARRIN, to LEFEVRE et M. PELISSON lors de la 18ème session de l'OTC à HOUSTON (OTC 5231) citée ci-dessus et qui a été mise au point de façon à pouvoir évaluer la compatibilité des matériaux plastiques ou élastomériques avec les hydrocarbures, en éprouvant leur résistance au cloquage (blistering en terminologie anglo-saxonne), au gonflement et à la détérioration en présence d'hydrocarbures gazeux et liquide, et qui permet, en particulier, de comparer les divers matériaux envisageables pour de telles applications.

En outre, des essais complémentaires ont été réalisés sur divers échantillons en utilisant une procédure, mise au point par la Société déposante, qui consiste à exercer des cycles successifs de pressurisation-dépressurisation sur des échantillons placés dans une cellule remplie d'un hydrocarbure spécifique. Cette méthode permet d'obtenir des résultats plus rapidement, et il a été trouvé que les résultats ainsi obtenus sont équivalents à ceux obtenus par la première méthode qui alterne les cycles avec pétrole brut avec les cycles avec méthane.

Un deuxième lot - échantillons B - a été préparé par procédé du type SIOPLAS à partir de 95 % de polyéthylène greffé de densité 0,945 et 5% d'un mélange maître à base de polyéthylène de densité 0,945 avec du catalyseur DBTDL, le taux de réticulation obtenu étant de 75 % et présentant ainsi une différence ne dépassant pas 5 % par rapport au taux de réticulation potentiel qui était estimé à environ 78 à 80 %. Ces échantillons ont subi sans dommages les essais selon la méthode accélérée décrite ci-dessus.

Un troisième lot - échantillons C - a, par ailleurs, été réalisé, toujours par procédé SIOPLAS, également avec 5 % du même mélange maître que les échantillons B, mais avec un polyéthylène greffé de densité 0,963. Le taux de réticulation obtenu était de 72 %, le taux de réticulation potentiel étant d'environ 72 à 75 %. Malgré une valeur du taux de réticulation inférieure à celle des échantillons B, les essais par la méthode accélérée ont donné

d'excellents résultats, jugés qualitativement encore meilleurs que ceux des échantillons B. Ceci tend à montrer l'effet très favorable d'une densité élevée des polyéthylènes utilisés.

Divers essais comparatifs ont, par ailleurs montré la nécessité, pour obtenir un bon résultat, de respecter les valeurs minimales définies concernant la densité des polyéthylènes mis en oeuvre et le taux de réticulation atteint, en particulier la différence entre le taux atteint et le taux potentiel.

Un premier lot comparatif - échantillons D - a été réalisé par procédé SIOPLAS à partir de 95 % de polyéthylène greffé de densité 0,928 donc inférieure à la valeur fixée de 0,930 et d'un mélange maître à base de polyéthylène de même densité 0,928. Malgré un taux de réticulation relativement élevé de 80 %, pratiquement égal au taux potentiel, les échantillons, soumis aux essais selon la procédure avec alternance de pétrole brut et de méthane, ont été complètement détruits en moins de 200 heures.

Un deuxième lot comparatif - échantillons E - a été réalisé par procédé SIOPLAS à partir de 95 % d'un polyéthylène greffé de densité 0,943 et de 5 % d'un mélange maître à base de polyéthylène de densité 0,930. Malgré les densités plus importantes que celles des échantillons D et un taux de réticulation de 75 %, pratiquement égal au taux potentiel, des traces de cloquage sont apparues en moins de 1.000 heures, ce qui n'est pas acceptable dans l'industrie pétrolière, lors des essais selon la méthode alternant pétrole brut et méthane. Il a ainsi été confirmé que le seul fait d'utiliser un polyéthylène d'une densité 0,930 juste inférieure à la limite fixée suffit pour déterminer un résultat inacceptable, et ceci bien que le composé présentant ainsi une densité insuffisante n'intervienne que pour 5 % dans le poids total de polyéthylène réticulé.

Un troisième lot comparatif - échantillons F - a été réalisé par procédé SIOPLAS à partir de 95 % d'un polyéthylène greffé (la silane utilisée étant une VTMS) de densité 0,951 et de 5 % d'un mélange maître à base de polyéthylène de densité 0,928, le taux de réticulation étant de 72 %, pratiquement égal au taux potentiel. Ces échantillons F ayant été soumis aux essais selon la seconde procédure, accélérée, il a été constaté du cloquage en

moins de 1000 heures d'essais, ce qui prouve la non compatibilité de ces échantillons avec le pétrole brut. Outre qu'il confirme l'inaptitude à supporter le pétrole brut des polyéthylènes présentant une densité inférieure à la limite fixée, cet essai montre aussi qu'il y a un recoupement satisfaisant entre les résultats obtenus par les deux méthodes d'essais utilisées.

La présente invention a aussi pour objet la réticulation par silane du tube interne étanche 12, en polyoléfine, avantageusement en polyéthylène, d'une conduite flexible 11 incorporée à un faisceau flexible du type ombilical dont un exemple de réalisation est illustré sur la figure 8. Les flexibles ombilicaux peuvent être utilisés dans les installations de télécommande hydraulique ou électro-hydraulique d'équipements sous-marins, en particulier pour la production de gisements pétroliers, ainsi que pour assurer le contrôle des puits, l'injection de fluides ou autres fonctions associées à l'exploitation du gisement, y compris, le cas échéant, le transport d'huile ou de pétrole brut. Il est important que la conduite d'injection d'un fluide soit, d'une part, étanche aux divers fluides à transporter et, d'autre part, soit compatible avec ces divers fluides. L'utilisation du polyéthylène réticulé par silane comme tube d'étanchéité interne permet de diviser par environ 50 la perméabilité au méthanol, par exemple, par rapport au polyamide 11.

L'exemple de flexible ombilical 57 illustré sur la figure 8 comporte en son centre un assemblage comprenant quatre conduites tubulaires flexibles hydrauliques 11.2 de faible diamètre interne, par exemple sensiblement égal à 6 mm ainsi que quatre conduites tubulaires flexibles hydrauliques 11.1 d'un diamètre interne égal à 12 mm disposées autour de l'assemblé central constitué par les quatre flexibles hydrauliques 11.2. Le flexible ombilical de la figure 8 comporte en outre 3 faisceaux 54 de conducteurs électriques. Chaque faisceau 54 comporte quatre paires de conducteurs électriques 52 isolés. Les conducteurs électriques 52 sont par exemple destinés à véhiculer des signaux de télécommande.

Les conduites tubulaires flexibles 11.1 et les faisceaux 54 ainsi que les conduites tubulaires flexibles 11.2 sont disposés

en hélices continues, ou en tronçons d'hélices alternées, avec inversion périodique de l'angle de l'hélice (arrangement SZ).

Avantageusement, la conduite tubulaire flexible ombilicale comporte une gaine externe 55 avantageusement réalisée par extrusion par exemple en polyéthylène basse densité (LDPE) ainsi que des armures 56 qui sont par exemple réalisées en fil d'acier rond. Le flexible ombilical peut, en outre, comporter une gaine intermédiaire 53 servant d'assise aux armures 56, par exemple en polyéthylène extrudé faible densité.

Dans l'état actuel de la technique, le tube interne étanche des flexibles hydrauliques tels que 11.1 et 11.2 est couramment réalisé, par exemple en polyamide 11, ou encore en polyether élastomérique tel que vendu sous la marque l'HYTREL par la Société Dupont de Nemours, ces matériaux étant en général considérés comme étant d'une compatibilité à peu près satisfaisante par rapport aux fluides variés à transporter, c'est-à-dire comme n'étant pas sujet à se dégrader d'une façon inacceptable en présence de l'un ou l'autre de ces divers fluides. Par contre, il a récemment été trouvé que leur perméabilité excessive au méthanol et aux alcools en général, est extrêmement nuisible dans certains cas d'application.

Le flexible ombilical selon l'invention, tel que décrit en figure 8, est caractérisé par le fait qu'au moins l'une des conduites tubulaires flexibles hydrauliques qu'il comporte, telles que 11.1 et 11.2, est une conduite flexible 11 selon l'invention, c'est-à-dire qu'elle comporte un tube interne étanche 12 en polyoléfine, notamment en polyéthylène, réticulé par hydrolyse.

Sur la figure 9, on peut voir un exemple de réalisation d'une conduite tubulaire flexible hydraulique 11. Selon l'application, elle doit pouvoir supporter une pression comprise entre 100 et 500 bars, typiquement 350 bars. La conduite tubulaire flexible 11 a, par exemple, un diamètre interne pouvant varier de 3 mm à 30 mm. La conduite 11 comporte un tube interne 12, une armure 16 et une gaine externe 17. Le tube interne 12 est réalisé en polyoléfine, notamment en polyéthylène réticulé par silane. L'armure 16 comporte par exemple des fibres, avantageusement en polyamide aromatique, par exemple aramide telles que les fibres

vendues sous la marque Kevlar par la Société Dupont de Nemours ou sous la marque Twaron vendues par la Société Akzo. Les fibres sont par exemple posées en hélices (nappées), tissées ou guippées. Dans une variante de réalisation on utilise des armures 16 comportant des fils métalliques, par exemple en acier. La gaine externe 17 est avantageusement extrudée. Elle est réalisée par exemple en polyamide ou en polyuréthane.

La réticulation du tube 12 des conduites tubulaires flexibles hydrauliques 11 (telles que 11.1 et 11.2 de la figure 8) est réalisée soit par l'extérieur, avant la pose de l'armure 16 et de la gaine externe 17, soit en faisant circuler, par exemple, de l'eau chaude à l'intérieur du tube 12. Cette dernière méthode peut être appliquée aussi bien au tube 12 seul, qu'à la conduite tubulaire flexible hydraulique 11 (telles que 11.1 et 11.2) ou même à la conduite tubulaire flexible ombilicale de la figure 8 terminée.

En outre, on peut également réaliser les gaines extérieure 55 ou intermédiaire 53 du flexible ombilical de la figure 8, ou la gaine extérieure 17 du flexible 11 (tel que 11.1 et 11.2) en polyéthylène réticulé par silane, l'apport d'eau et/ou de chaleur nécessaire à la réticulation se faisant par l'extérieur.

Sur la figure 10, on peut voir un exemple d'embout 25 comportant une ouverture 58 pour l'extraction du fluide dégagé dans l'espace annulaire de la conduite tubulaire flexible 11 lors de la réticulation. Dans l'exemple illustré, l'ouverture 10 est circulaire d'axe perpendiculaire à l'axe 60 de la conduite 11. Dans l'exemple illustré, l'embout 25 est équipé d'une soupape 59. Il est bien entendu possible de reboucher l'ouverture 58 par exemple par soudure. Toutefois, il peut s'avérer intéressant de permettre d'évacuer par l'ouverture 58 et par l'intermédiaire de la soupape 59, les fluides, principalement les gaz diffusés à travers la gaine d'étanchéité 19. Par exemple, une gaine selon la présente invention ne sera pas parfaitement étanche au gaz naturel présent dans le pétrole brut. L'ouverture 58 et la soupape 59 permettent d'évacuer en toute sécurité ces gaz à l'extérieur de l'espace annulaire de la conduite.

REVENDICATIONS

1. Conduite tubulaire flexible comportant une gaine d'étanchéité ou un tube en polyoléfine, caractérisée par le fait que ladite gaine d'étanchéité (19) ou tube (12) est réalisé en polyoléfine réticulée par hydrolyse, notamment en polyéthylène, réticulé par hydrolyse.

2. Conduite tubulaire flexible selon la revendication 1, caractérisée par le fait que le taux de réticulation minimal du tube (12) ou de la gaine d'étanchéité (19) est suffisant pour, en présence de pétrole brut diphasique, assurer une étanchéité aux liquides, sans dégradation.

3. Conduite tubulaire flexible selon la revendication 1, ou 2, caractérisée par le fait qu'elle comporte des armures de renforcement (13,14,16,18).

4. Conduite tubulaire flexible selon la revendication 3, caractérisée par le fait qu'elle comporte une pluralité de couches (13,14,15,16,17,18,19) distinctes, non liées, comprenant une armure de renforcement (13,14,16,18) distinctes, non liées, et une gaine extérieure (17) la conduite tubulaire flexible résistant au moins à une pression interne de 20 bars et ayant un diamètre interne supérieur ou égal à 25 mm.

5. Conduite tubulaire flexible selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait qu'elle comporte au moins une nappe d'armure (16) pour résister à la traction axiale.

6. Conduite tubulaire flexible selon la revendication 3, 4 ou 5, caractérisée par le fait qu'elle comporte une voûte (13,14) pour résister à la pression.

7. Conduite tubulaire flexible selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait qu'elle comporte une armure non étanche (18) placée à l'intérieur de la gaine d'étanchéité en polyoléfine, notamment en polyéthylène réticulé (19).

8. Conduite tubulaire flexible de type flexible hydraulique, caractérisée par le fait qu'elle comporte un tube (12) interne en polyoléfine réticulée par silane, notamment en

polyéthylène réticulé par silane, une armure (16) et une gaine extérieure (17).

9. Conduite tubulaire flexible ombilicale, caractérisée par le fait qu'elle comporte au moins une conduite tubulaire flexible (11) selon la revendication 8.

10. Conduite tubulaire flexible selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que la gaine d'étanchéité (19) ou le tube (12) est réalisée en polyéthylène réticulé à au moins 70%.

11. Procédé de fabrication de conduites tubulaires flexibles comportant un tube ou une gaine d'étanchéité interne en polyoléfine, notamment en polyéthylène, caractérisé par le fait qu'il comporte une étape consistant à réticuler par hydrolyse le tube (12) ou la gaine (19) en polyoléfine notamment en polyéthylène.

12. Procédé selon la revendication 11, caractérisé par le fait qu'il comporte une étape consistant à remplir la conduite tubulaire flexible (11) avec un fluide chaud pour, par une augmentation de la température de la gaine d'étanchéité (19) ou du tube (12) en polyoléfine, notamment en polyéthylène, accélérer la réticulation de la polyoléfine notamment du polyéthylène.

13. Procédé selon la revendication 11 ou 12, caractérisé par le fait qu'il comporte une étape consistant à remplir la conduite tubulaire flexible (11) avec de l'eau permettant la réaction d'hydrolyse.

14. Procédé selon la revendication 11, 12, ou 13, caractérisé par le fait que l'étape de réticulation de la gaine d'étanchéité (19) ou du tube (12) de la conduite tubulaire flexible (11) est réalisée postérieurement à l'assemblage définitif de la conduite tubulaire flexible (11).

15. Procédé selon l'une quelconque des revendications 11 à 14, caractérisé par le fait que la réticulation de la gaine d'étanchéité en polyoléfine, notamment en polyéthylène (19) ou du tube (12) est réalisée à un moment, où suite à un montage d'autres couches, la gaine d'étanchéité en polyoléfine, notamment en polyéthylène (19) ou le tube (12) n'est pas accessible.

16. Procédé selon les revendications 12 et 13, caractérisé par le fait que l'on utilise de l'eau comme fluide de chauffage.

17. Procédé selon la revendication 16, caractérisé par le fait que l'eau est au moins en partie en phase liquide.

18. Procédé selon l'une quelconque des revendications 11 à 17, caractérisé par le fait que l'étape de réticulation est effectuée une fois la conduite tubulaire flexible (11) enroulée sur un support de stockage (23).

19. Procédé selon les revendications 13,14,15,16,17, ou 18, caractérisé par le fait que pendant l'étape de réticulation de la gaine d'étanchéité (19) en polyoléfine, notamment en polyéthylène, on maintient dans la conduite tubulaire flexible (11) une pression pour permettre à l'eau d'atteindre la gaine d'étanchéité en polyoléfine notamment en polyéthylène (19) en traversant des couches intermédiaires (18).

20. Procédé selon l'une quelconque des revendications 11 à 19, caractérisé par le fait qu'il comporte une étape d'extrusion de la gaine d'étanchéité (19) ou du tube (12) à réticuler à partir d'un mélange de divers polyéthylènes, la densité de tous les polyéthylènes du mélange étant supérieure ou égale à 0,931.

21. Procédé selon l'une quelconque des revendications 11 à 20, caractérisé par le fait qu'il comporte une étape d'extraction du fluide formé lors de la réticulation dans l'espace annulaire de la conduite tubulaire flexible.

22. Procédé selon la revendication 21, caractérisé par le fait que ladite extraction est une extraction forcée.

23. Procédé selon l'une quelconque des revendications 11 à 21, caractérisé par le fait que l'étape de réticulation de la gaine d'étanchéité polyoléfine, notamment en polyéthylène (19) ou du tube (12) est poursuivie jusqu'à l'obtention d'un taux de réticulation dont la différence avec le taux de réticulation potentiel est inférieur ou égal à 8 % du taux de réticulation potentiel.

24. Procédé selon l'une des revendications 12 à 23, caractérisé par le fait qu'il comporte une étape consistant à remplir la conduite tubulaire flexible avec un fluide contenant au moins une partie du catalyseur de la réaction de la réticulation.

25. Dispositif de réticulation par hydrolyse d'éléments en polyoléfine notamment en polyéthylène comportant une source d'eau et des moyens de chauffage, caractérisé par le fait que ledit

dispositif comporte des moyens (24) pour réaliser la connexion entre la source d'eau (20) et une conduite tubulaire flexible (11) comportant une gaine d'étanchéité (19) ou un tube (12) en polyoléfine notamment en polyéthylène à réticuler.

26. Dispositif selon la revendication 25, caractérisé par le fait qu'il comporte des moyens (27) pour la mise en circulation de l'eau à travers la conduite tubulaire flexible (11) et les moyens de chauffage (35) avec un débit permettant de compenser les pertes thermiques.

27. Dispositif selon la revendication 25 ou 26, caractérisé par le fait qu'il comporte des moyens (27) pour faire circuler dans la conduite tubulaire flexible (11) de l'eau au moins en partie en phase liquide.

28. Dispositif selon la revendication 25, 26, ou 27, caractérisé par le fait qu'il comporte des moyens (22) d'isolation thermique de la conduite tubulaire flexible (11).

29. Dispositif selon la revendication 25, 26, 27, ou 28, caractérisé par le fait qu'il comporte des moyens (29) pour maintenir à l'intérieur de la conduite tubulaire flexible (11) une pression suffisante pour que l'eau atteigne la gaine (19) en polyéthylène à réticuler.

1/7

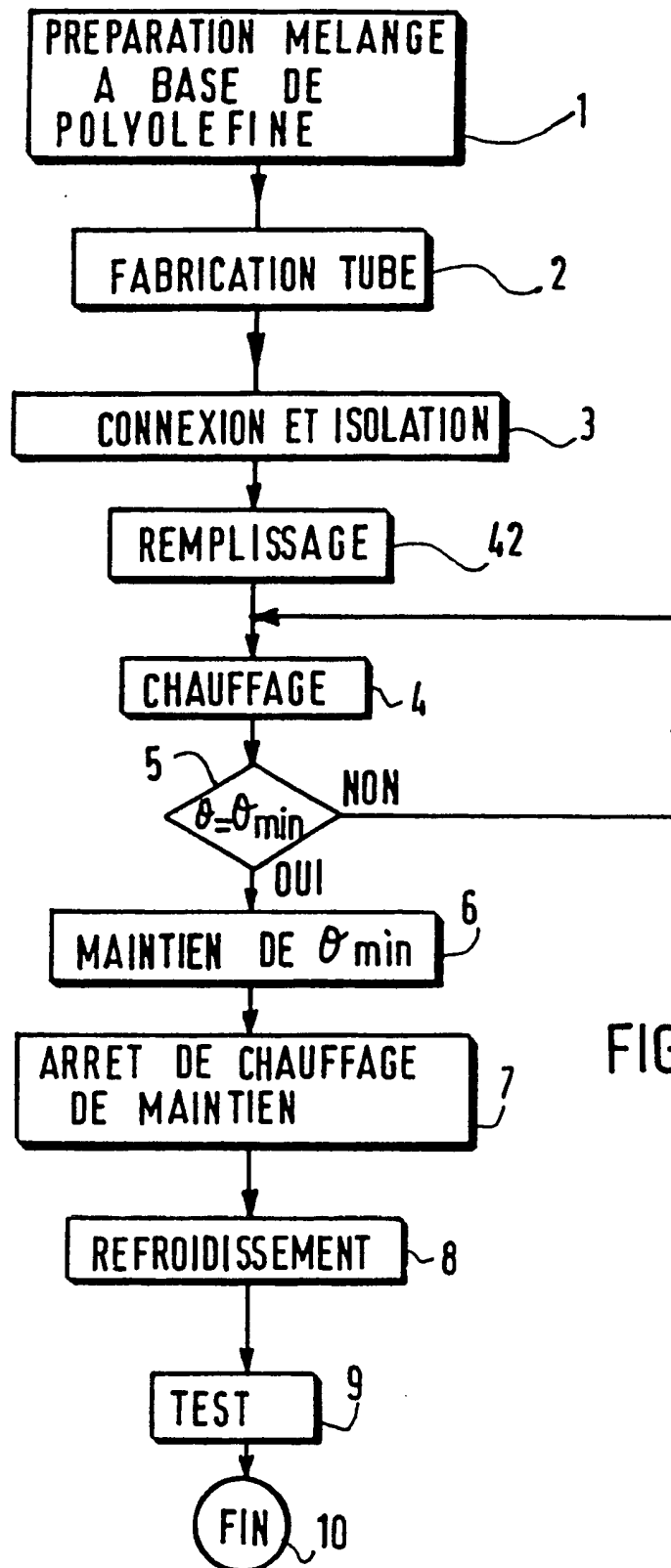


FIG.1

2/7

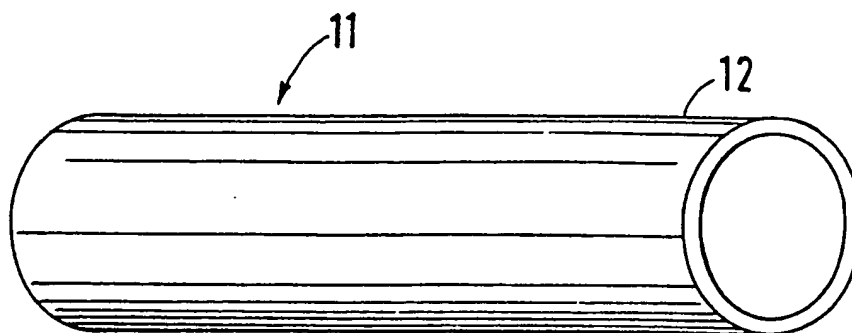


FIG. 2

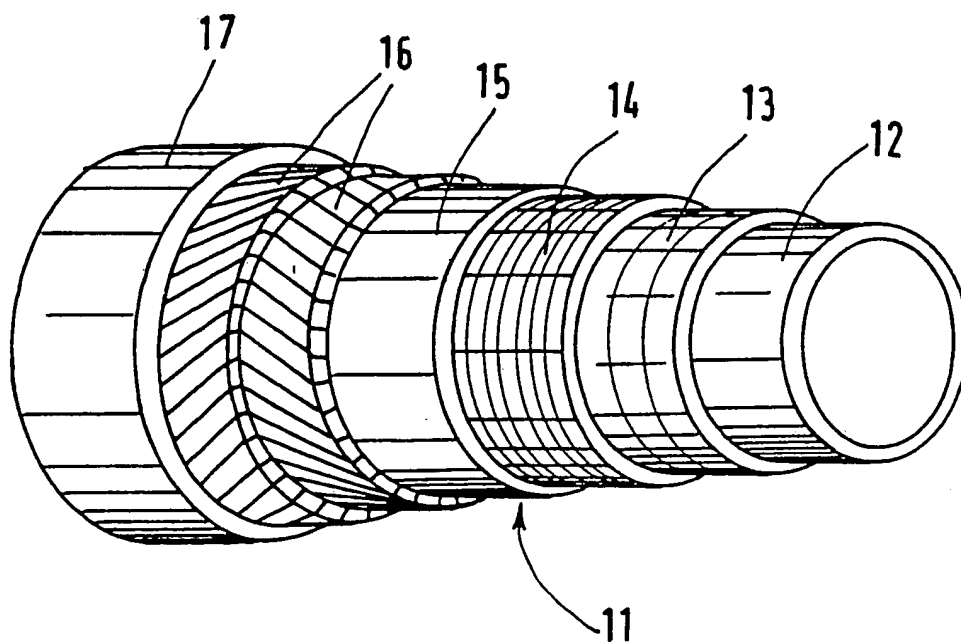


FIG. 3

3/7

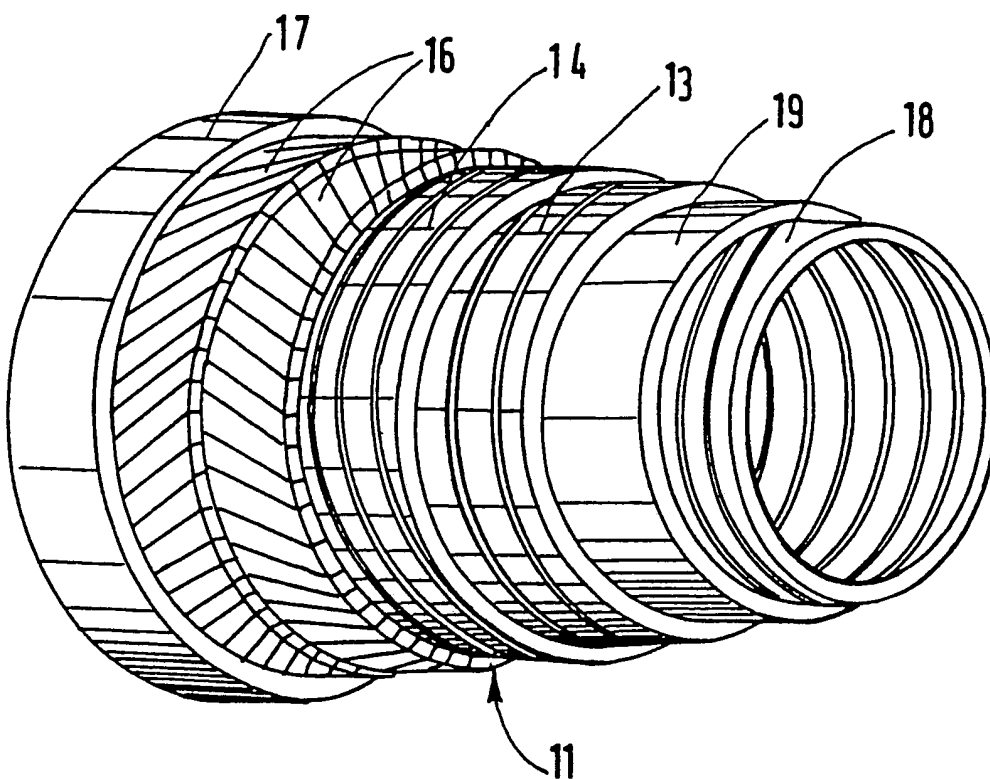


FIG. 4

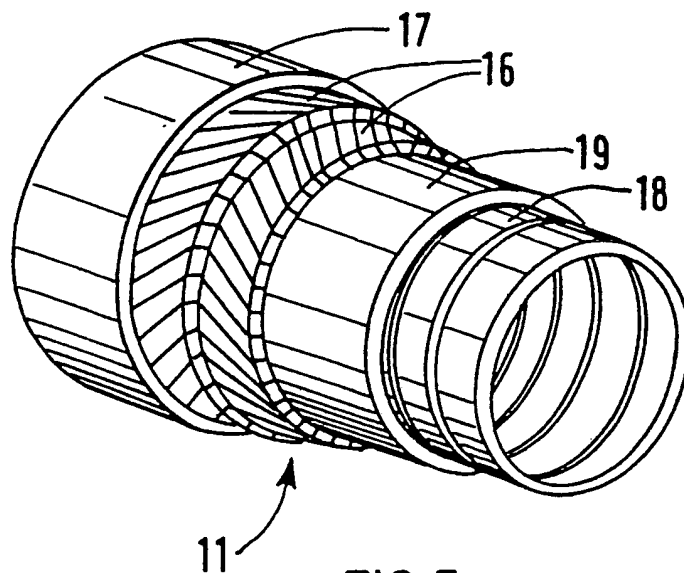


FIG. 5

FEUILLE DE REMPLACEMENT

4/7

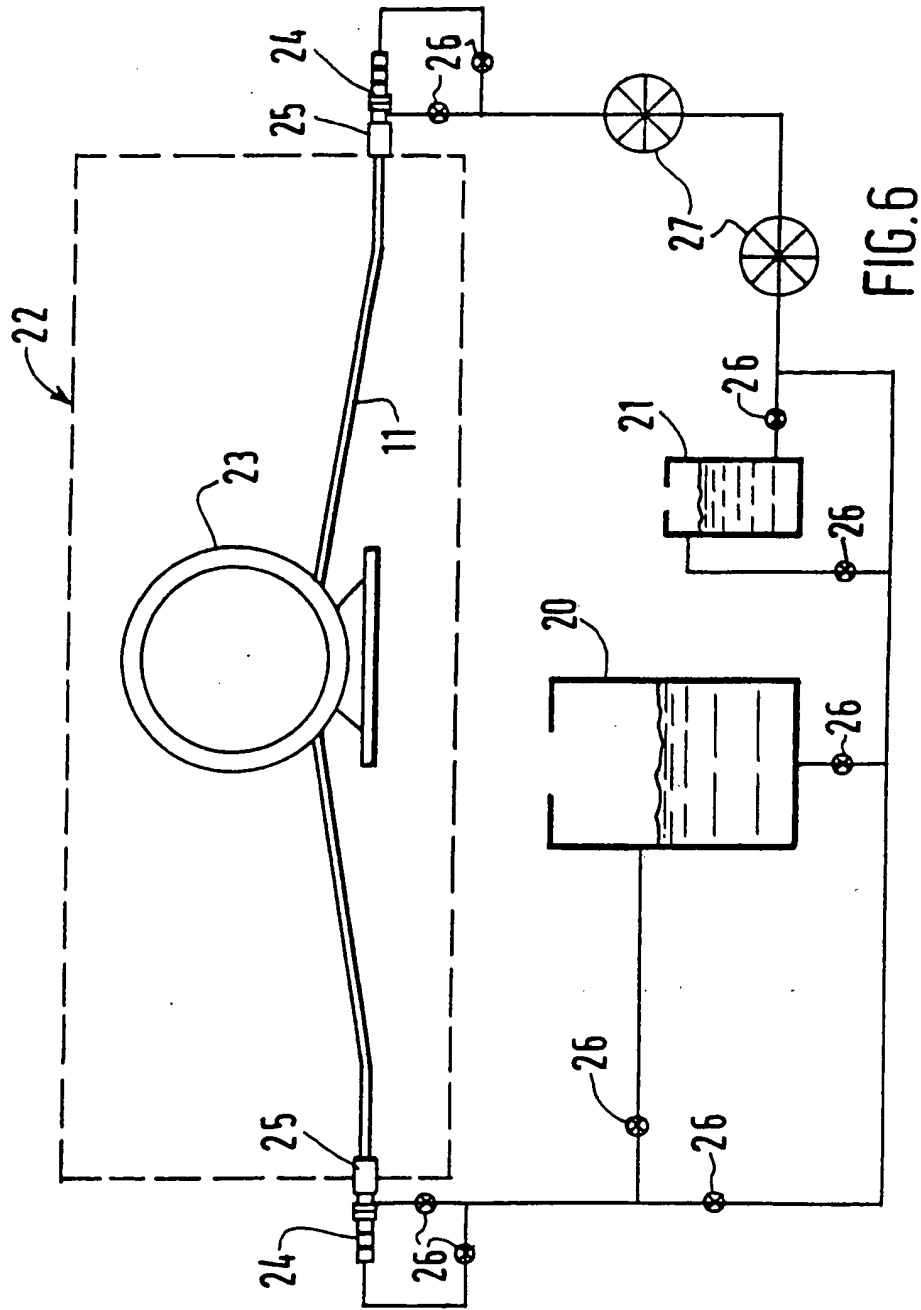


FIG. 6

5/7

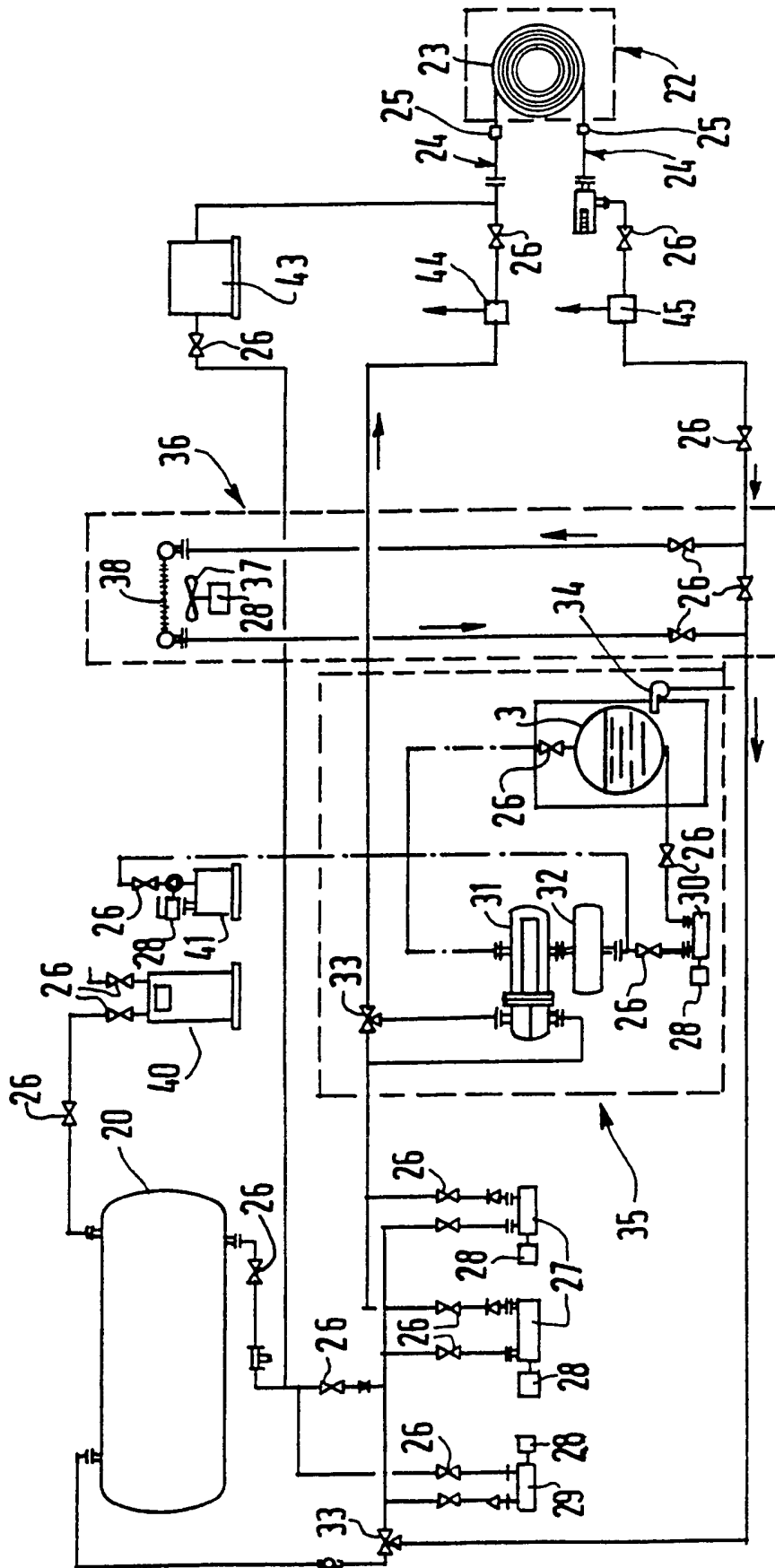


FIG. 7

6/7

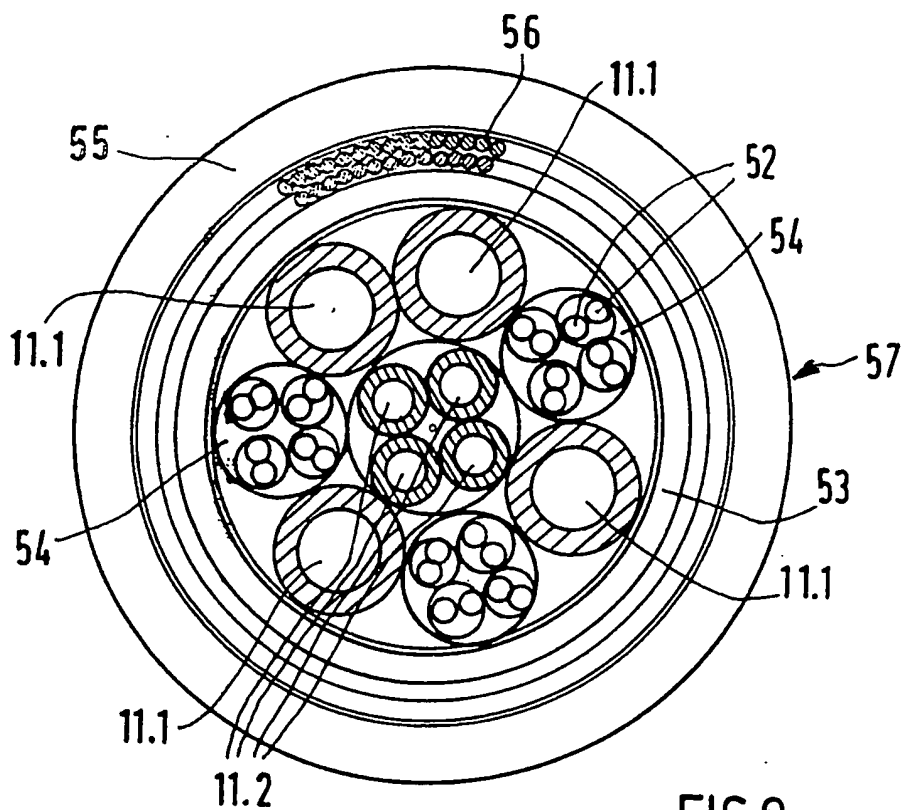


FIG. 8

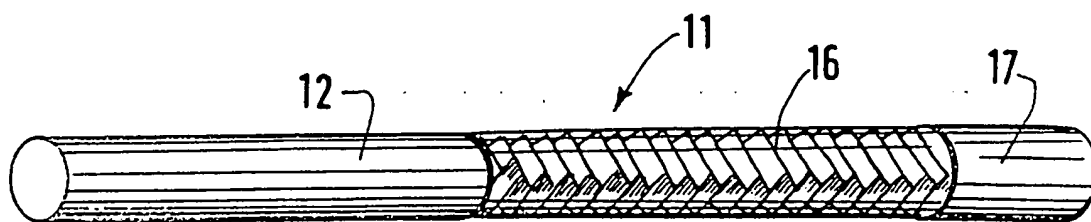
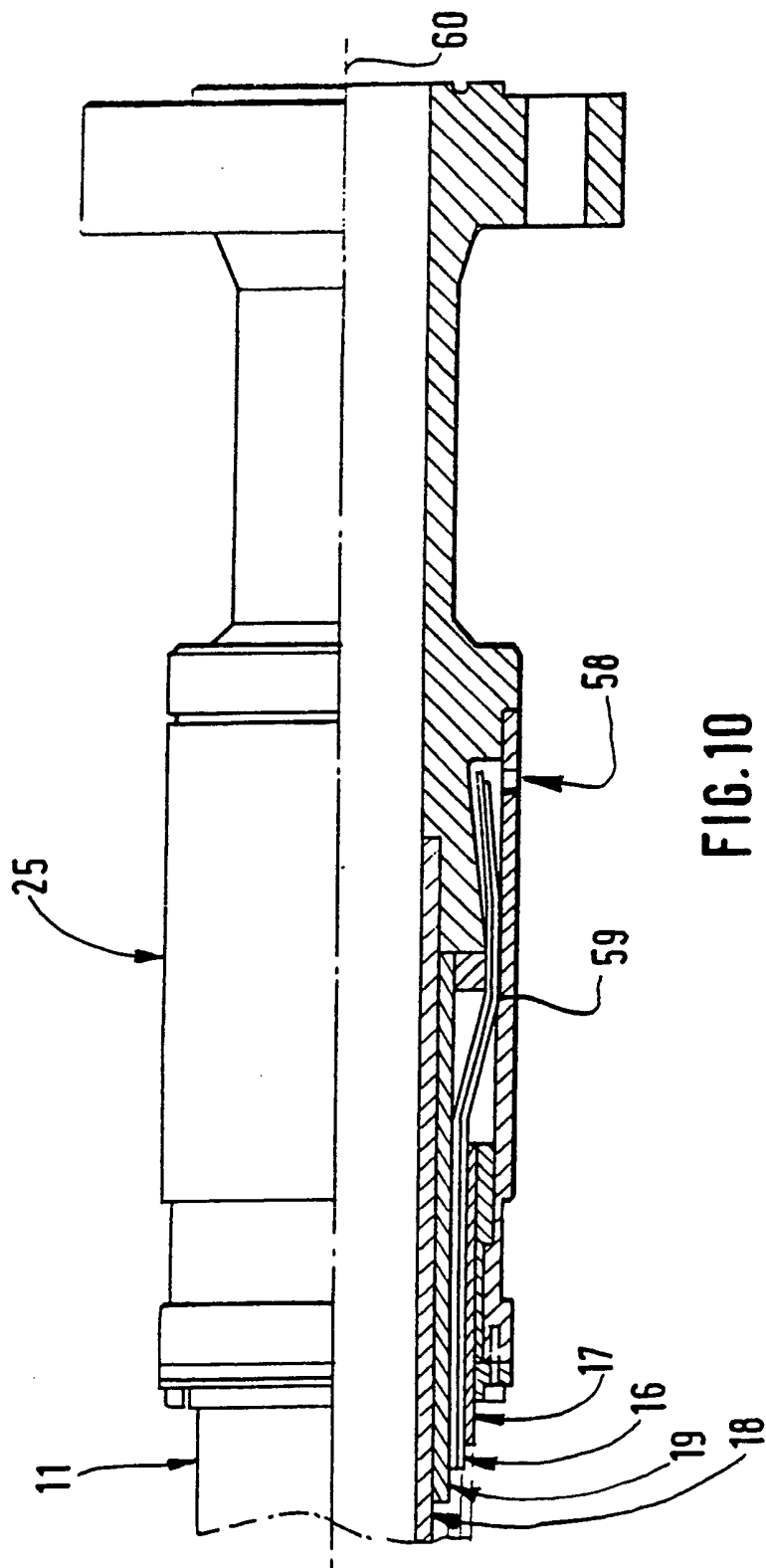


FIG. 9

FEUILLE DE REMPLACEMENT

7/7



FEUILLE DE REMPLACEMENT

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No. PCT/FR91/00487

I. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER (If several classification symbols apply, indicate all) ⁶ According to International Patent Classification (IPC) or to both National Classification and IPC Int. Cl. ⁵ : F16L 11/04																										
II. FIELDS SEARCHED <div style="text-align: center; border-top: 1px solid black; border-bottom: 1px solid black;">Minimum Documentation Searched ⁷</div> <table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <th style="width: 30%; border-bottom: 1px solid black;">Classification System</th> <th style="border-bottom: 1px solid black;">Classification Symbols</th> </tr> <tr> <td style="padding: 5px;">Int. Cl.⁵</td> <td style="padding: 5px;">F16L</td> </tr> </table> <div style="text-align: center; border-top: 1px solid black; border-bottom: 1px solid black;">Documentation Searched other than Minimum Documentation to the Extent that such Documents are Included in the Fields Searched ⁸</div>			Classification System	Classification Symbols	Int. Cl. ⁵	F16L																				
Classification System	Classification Symbols																									
Int. Cl. ⁵	F16L																									
III. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT ⁹ <table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <th style="width: 10%; border-bottom: 1px solid black;">Category ⁹</th> <th style="border-bottom: 1px solid black;">Citation of Document, ¹¹ with indication, where appropriate, of the relevant passages ¹²</th> <th style="width: 15%; border-bottom: 1px solid black;">Relevant to Claim No. ¹³</th> </tr> <tr> <td style="text-align: center; vertical-align: top; padding: 5px;">A</td> <td style="padding: 5px;">AT, B, 286036 (SCHAERER) 25 November 1970, see the whole document ---</td> <td style="text-align: center; vertical-align: top; padding: 5px;">1,10,11</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center; vertical-align: top; padding: 5px;">A</td> <td style="padding: 5px;">FR, A, 2225681 (PONT-A-MOUSSON) 8 November 1974, see page 2, lines 23-37; claims 1,6 ---</td> <td style="text-align: center; vertical-align: top; padding: 5px;">1,10,11,19,29</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center; vertical-align: top; padding: 5px;">A</td> <td style="padding: 5px;">EP, A, 0147288 (INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE) 3 July 1985, see abstract; figure 3 ---</td> <td style="text-align: center; vertical-align: top; padding: 5px;">1,3-6</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center; vertical-align: top; padding: 5px;">A</td> <td style="padding: 5px;">GB, A, 2059538 (INSTITUT MATEMATIKI I MEKHANIKI AN AZERBAIDZHANSKOI) 23 April 1981, see abstract ---</td> <td style="text-align: center; vertical-align: top; padding: 5px;">1,3-6</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center; vertical-align: top; padding: 5px;">A</td> <td style="padding: 5px;">FR, A, 2611582 (HUTCHINSON) 9 September 1988, see claim 1 ---</td> <td style="text-align: center; vertical-align: top; padding: 5px;">1,3</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center; vertical-align: top; padding: 5px;">A</td> <td style="padding: 5px;">EP, A, 0087344 (INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE) 31 August 1983, see page 16, lines 4-19; claims 10-12 (cited in the application) ---</td> <td style="text-align: center; vertical-align: top; padding: 5px;">1,11,12,19</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center; vertical-align: top; padding: 5px;">A</td> <td style="padding: 5px;">FR, A, 2596696 (INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE) 9 October 1987 -----</td> <td></td> </tr> </table>			Category ⁹	Citation of Document, ¹¹ with indication, where appropriate, of the relevant passages ¹²	Relevant to Claim No. ¹³	A	AT, B, 286036 (SCHAERER) 25 November 1970, see the whole document ---	1,10,11	A	FR, A, 2225681 (PONT-A-MOUSSON) 8 November 1974, see page 2, lines 23-37; claims 1,6 ---	1,10,11,19,29	A	EP, A, 0147288 (INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE) 3 July 1985, see abstract; figure 3 ---	1,3-6	A	GB, A, 2059538 (INSTITUT MATEMATIKI I MEKHANIKI AN AZERBAIDZHANSKOI) 23 April 1981, see abstract ---	1,3-6	A	FR, A, 2611582 (HUTCHINSON) 9 September 1988, see claim 1 ---	1,3	A	EP, A, 0087344 (INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE) 31 August 1983, see page 16, lines 4-19; claims 10-12 (cited in the application) ---	1,11,12,19	A	FR, A, 2596696 (INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE) 9 October 1987 -----	
Category ⁹	Citation of Document, ¹¹ with indication, where appropriate, of the relevant passages ¹²	Relevant to Claim No. ¹³																								
A	AT, B, 286036 (SCHAERER) 25 November 1970, see the whole document ---	1,10,11																								
A	FR, A, 2225681 (PONT-A-MOUSSON) 8 November 1974, see page 2, lines 23-37; claims 1,6 ---	1,10,11,19,29																								
A	EP, A, 0147288 (INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE) 3 July 1985, see abstract; figure 3 ---	1,3-6																								
A	GB, A, 2059538 (INSTITUT MATEMATIKI I MEKHANIKI AN AZERBAIDZHANSKOI) 23 April 1981, see abstract ---	1,3-6																								
A	FR, A, 2611582 (HUTCHINSON) 9 September 1988, see claim 1 ---	1,3																								
A	EP, A, 0087344 (INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE) 31 August 1983, see page 16, lines 4-19; claims 10-12 (cited in the application) ---	1,11,12,19																								
A	FR, A, 2596696 (INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE) 9 October 1987 -----																									
<div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 45%;"> <p>¹⁰ Special categories of cited documents:</p> <p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier document but published on or after the international filing date</p> <p>"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p> </div> <div style="width: 45%;"> <p>"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step</p> <p>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.</p> <p>"&" document member of the same patent family</p> </div> </div>																										
IV. CERTIFICATION <table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 50%; border-bottom: 1px solid black; padding: 5px;">Date of the Actual Completion of the International Search</td> <td style="width: 50%; border-bottom: 1px solid black; padding: 5px;">Date of Mailing of this International Search Report</td> </tr> <tr> <td style="padding: 5px;">6 September 1991 (06.09.91)</td> <td style="padding: 5px;">4 October 1991 (04.10.91)</td> </tr> <tr> <td style="border-bottom: 1px solid black; padding: 5px;">International Searching Authority</td> <td style="border-bottom: 1px solid black; padding: 5px;">Signature of Authorized Officer</td> </tr> <tr> <td style="padding: 5px;">European Patent Office</td> <td></td> </tr> </table>			Date of the Actual Completion of the International Search	Date of Mailing of this International Search Report	6 September 1991 (06.09.91)	4 October 1991 (04.10.91)	International Searching Authority	Signature of Authorized Officer	European Patent Office																	
Date of the Actual Completion of the International Search	Date of Mailing of this International Search Report																									
6 September 1991 (06.09.91)	4 October 1991 (04.10.91)																									
International Searching Authority	Signature of Authorized Officer																									
European Patent Office																										

ANNEX TO THE INTERNATIONAL SEARCH REPORT
ON INTERNATIONAL PATENT APPLICATION NO.

FR9100487
SA 48741

This annex lists the patent family members relating to the patent documents cited in the above-mentioned international search report.
The members are as contained in the European Patent Office EDP file on
The European Patent Office is in no way liable for these particulars which are merely given for the purpose of information.

06/09/91

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
AT-B-286036		None	
FR-A-2225681	08-11-74	BE-A- 811219	19-08-74
		CH-A- 577656	15-07-76
		DE-A, B 2413133	07-11-74
		GB-A- 1452007	06-10-76
		NL-A- 7403993	15-10-74
		SE-B- 409186	06-08-79
EP-A-0147288	03-07-85	FR-A- 2557254	28-06-85
		DE-A- 3467235	10-12-87
		JP-A- 60157581	17-08-85
		US-A- 4867205	19-09-89
GB-A-2059538	23-04-81	DE-C- 3041452	03-07-86
		SE-B- 445383	16-06-86
		SE-A- 8008327	27-11-80
		WO-A- 8002186	16-10-80
		US-A- 4431034	14-02-84
		FR-A, B 2464423	06-03-81
FR-A-2611582	09-09-88	None	
EP-A-0087344	31-08-83	FR-A- 2521573	19-08-83
		CA-A- 1191991	13-08-85
		JP-A- 58154744	14-09-83
		US-A- 4455406	19-06-84
FR-A-2596696	09-10-87	EP-A, B 0263860	20-04-88
		WO-A- 8706184	22-10-87
		JP-T- 1500579	01-03-89

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Internationale No PCT/FR 91/00487

I. CLASSEMENT DE L'INVENTION (si plusieurs symboles de classification sont applicables, les indiquer tous) ⁷		
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB <div style="display: flex; justify-content: space-around; font-weight: bold;"> CIB 5 F16L11/04 </div>		
II. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE		
Documentation minimale consultée ⁸		
Système de classification	Symboles de classification	
CIB 5	F16L	
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où de tels documents font partie des domaines sur lesquels la recherche a porté ⁹		
III. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS ¹⁰		
Catégorie ^o	Identification des documents cités, avec indication, si nécessaire, ¹² des passages pertinents ¹³	No. des revendications visées ¹⁴
A	AT,B,286036 (SCHAERER) 25 novembre 1970 voir le document en entier ---	1, 10, 11
A	FR,A,2225681 (PONT-A-MOUSSON) 08 novembre 1974 voir page 2, lignes 23 - 37; revendications 1, 6 ---	1, 10, 11, 19, 29
A	EP,A,0147288 (INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE) 03 juillet 1985 voir abrégé; figure 3 ---	1, 3-6
A	GB,A,2059538 (INSTITUT MATEMATIKI I MEKHANIKI AN AZERBAIDZHANSKOI) 23 avril 1981 voir abrégé ---	1, 3-6
A	FR,A,2611582 (HUTCHINSON) 09 septembre 1988 voir revendication 1 --- -/-	1, 3
<div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 45%;"> <p>^o Catégories spéciales de documents cités:¹¹</p> <p>"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent</p> <p>"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date</p> <p>"I" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)</p> <p>"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens</p> <p>"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée</p> </div> <div style="width: 45%;"> <p>"T" document ultérieur publié postérieurement à la date de dépôt international ou à la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention</p> <p>"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive</p> <p>"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier.</p> <p>"&" document qui fait partie de la même famille de brevets</p> </div> </div>		
IV. CERTIFICATION		
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée	Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale	
06 SEPTEMBRE 1991	04. 10. 91	
Administration chargée de la recherche internationale	Signature du fonctionnaire autorisé	
OFFICE EUROPEEN DES BREVETS	SCHAEFFLER C.A.	

III. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS ¹⁴		(SUITE DES RENSEIGNEMENTS INDIQUES SUR LA DEUXIEME FEUILLE)
Catégorie °	Identification des documents cités, ¹⁶ avec indication, si nécessaire des passages pertinents ¹⁷	No. des revendications visées ¹⁸
A	EP,A,0087344 (INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE) 31 août 1983 voir page 16, lignes 4 - 19; revendications 10-12 (cité dans la demande) ---	1, 11, 12, 19
A	FR,A,2596696 (INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE) 09 octobre 1987 ---	

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE RELATIF A LA DEMANDE INTERNATIONALE NO.

FR9100487
SA 48741

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche internationale visé ci-dessus.

Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

06/09/91

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
AT-B-286036		Aucun	
FR-A-2225681	08-11-74	BE-A- 811219	19-08-74
		CH-A- 577656	15-07-76
		DE-A, B 2413133	07-11-74
		GB-A- 1452007	06-10-76
		NL-A- 7403993	15-10-74
		SE-B- 409186	06-08-79
EP-A-0147288	03-07-85	FR-A- 2557254	28-06-85
		DE-A- 3467235	10-12-87
		JP-A- 60157581	17-08-85
		US-A- 4867205	19-09-89
GB-A-2059538	23-04-81	DE-C- 3041452	03-07-86
		SE-B- 445383	16-06-86
		SE-A- 8008327	27-11-80
		WO-A- 8002186	16-10-80
		US-A- 4431034	14-02-84
		FR-A, B 2464423	06-03-81
FR-A-2611582	09-09-88	Aucun	
EP-A-0087344	31-08-83	FR-A- 2521573	19-08-83
		CA-A- 1191991	13-08-85
		JP-A- 58154744	14-09-83
		US-A- 4455406	19-06-84
FR-A-2596696	09-10-87	EP-A, B 0263860	20-04-88
		WO-A- 8706184	22-10-87
		JP-T- 1500579	01-03-89

EPO FORM P0472

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82

THIS PAGE BLANK (USPTO)

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ **BLACK BORDERS**

☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

☐ **FADED TEXT OR DRAWING**

☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**

☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**

☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)